

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES-SCIENCES

PAR

Dominique MIANNAY

PREMIERE THESE

PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES ET MECANIQUES
DES ALLIAGES DU SYSTEME MAGNESIUM-YTTRIUM

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 16 Juin 1969 devant la Commission d'Examen

MM. J. BENARD

Président

P. BASTIEN

J. TALBOT

Examineurs

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ES-SCIENCES

PAR

Dominique MIANNAY

PREMIERE THESE

**PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES ET MECANQUES
DES ALLIAGES DU SYSTEME MAGNESIUM-YTTRIUM**

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

Soutenues le 16 Juin 1969 devant la Commission d'Examen

MM. J. BENARD

Président

**P. BASTIEN
J. TALBOT**

Examineurs

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

PROFESSEURS

Doyen

M. ZAMANSKY

MM. GRASSE T Evolution des êtres organisés
PREVOST T Chimie organique
WYART T Minéralogie & cristallographie
TEISSIER T Zoologie
AUGER T Physique quantique & relativité
MONNIER T Physiologie générale
PIVETEAU T Paléontologie
ROCARD T Physique E.N.S.
CARTAN T Mathématiques E.N.S.
LAFITTE T Chimie générale
N... T Géométrie supérieure
COULOMB T Physique du globe
CRETIEN T Chimie minérale
BOCQUET T Zoologie
KASTLER T Physique E.N.S.
EPHROSSI T Génétique
GAUTHERET T Biologie végétale CPEM
LUCAS R. T Recherches physiques
THOMAS A. T Biologie
MORAND T Physique enseignement
SOLEILLET T Physique CPEM
FORTIER T Mécanique expérimentale des fluides
DRACH T Biologie maritime
QUENEY T Météorologie & dynamique de l'atmosphère
GALLIEN T Embryologie
Mlle CAUCHOIS T Chimie Physique
MM. THELLIER T Physique du Globe
PONCIN T Mécanique générale
DUREIL T Arithmétique & Théorie des nombres
GAGNIARD T Géophysique appliquée
CHAMPETIER T Chimie macromoléculaire
COUVILLIER T Micropaléontologie
TRILLAT T Microscopie & diffraction électronique
WIEMANN T Chimie organique & structurale
VASSY T Physique de l'atmosphère
DESTOUCHES T Théorie physique
AMIEL T Chimie générale
MATHIEU J.P. T Physique optique
COUTEAUX T Cytologie
CHOQUET T Théorie des fonctions & topologie
FELDMANN T Biologie végétale marine
JOST T Physiologie comparée
FORTET T Calcul des probabilités & physique math.
SCHWARTZ T Calcul différentiel & intégral
CHOUDAT T Physiologie végétale
MALAVARD T Aviation (technique aéronautique)
BRELOT T Analyse supérieure
EICHORN T Botanique
BENARD T Chimie appliquée
DUGUE T Statistique mathématique
SOULAIRAC T Psychophysique
ULRICH T Physiologie végétale appliquée
KIRRMANN T Théories chimiques
CHADEFAUD T Botanique
Mlle LE BRETON T Physiologie de la nutrition
MM. LELONG T Application de l'analyse à la géométrie
DEVILLERS T Anatomie comparée
EHRESMANN T Topologie algébrique
FRANÇON T Physique SPCN
GLANGEAUD T Géographie physique, géologie dynamique
GODEMENT T Mathématiques MGP
PISOT T Technique mathématiques de la physique
ROCH T Géologie
SCHATZMANN T Astrophysique
TERMIER T Géologie générale
ZAMANSKY T Mathématiques générales
LENNUIER T Physique M.G.P.
ROUTHIER T Géologie appliquée
TONNELAT T Physique théorique
Mme DIXMIER T Mathématiques M.P.C.
MM. SOUCHAY T Chimie générale
AIGRAIN T Electrotechnique
BRUSSET T Chimie systématique
LEVY T Physique théorique des hautes énergies
Mme CHAIX J Chimie biologique
Mme HUREL PY T Biologie végétale CPEM
MM. PANNETIER T Chimie générale I
NORMANT T Synthèse organique
YVON T Théories physiques
COTTE T Physique électricité
DUBOIS J.E. T Chimie organique physique
LAMOTTE T Zoologie E.N.S.

MM. OLMER T Energétique générale
GAUTHIER T Mécanique appliquée
BARCHEWITZ T Chimie physique
BROSSEL T Physique atomique
BUSER T Physiologie comparée
CAMUS T Physiologie végétale
CURIEN T Minéralogie & cristallographie
POSSOMPES T Zoologie
PULLMANN T Chimie quantique
TEILLAC T Phys. nucléaire & radioactivité
VILLE T Econométrie
FREYMAN T Recherches physiques
ROLLET T Chimie minérale
Mlle JOSIEN T Chimie SPCN
MM. CHEVALLEY T Géométrie alg. & théo. des groupes
GERMAIN T Mécan. théo. des fluides
LUCAS G. T Géologie
ALLARD T Chimie physique
BERTHELOT T Physique des particules fonda.
BRICARD T Météorologie
Mme ALBE-FESSARD T Psycho-physiologie
MM. JULIA T Etude des molécules nat. com.
MAGAT T Physico-chimie des rayonnements
MONOD T Chimie du métabolisme
BRUN T Mécanique des fluides I
Mme DUREIL T Mathématiques (Agrégation)
MM. LELONG T Mathématiques II E.N.S.
BELLAI T Géologie S.P.C.N.
BOUSSIERS T Radiochimie
Mme COUTURE T Thermodynamique & mécan.
MM. FRANC T Biologie animale CPEM.
SCHNELL T Botanique tropicale
STOLKOWSKI T Physiologie générale
ACHER T Chimie biologique
BAUDOUIN T Biologie animale CPEM
BEAUMONT T Biologie animale SPCN
BLAMONT T Géophysique ionosphère
BOUREAU T Botanique
CURIE D. T Physique MGP
DURAND DELGA T Géologie
HELLER T Physiologie végétale
TORTRAT T Calcul des probabilités
CAILLEUX T Géologie SPCN
MAGNAN T Physique électricité
DAUBE T Mécanique ondulatoire
Mme CHOQUET T Mécanique analytique et
BRUHAT T Mécanique céleste
Mlle VEIL T Physiologie générale
MM. LWOFF T Microbiologie
SIESTRUNCK T Mécan. Phys. expérimentale
CABANNES T Mécanique théorique
CAIRE T Géo. phys. & géo. dynamique
COMOLET T Mécanique des fluides
DELLOUE T Physique de l'exosphère
HOULLON T Biologie animale
OLIVIER T Anthropologie
SAMUEL T Math. (ENS jeunes filles)
DE POSSEL T Analyse numérique
CHARLOT T Chimie analytique
CHATELET T Chimie CPEM
MATTIER T Physique SPCN
AUBOUIN T Géologie
Mme BENOIT-GEUTAL T Phys. nucléaire & radio-act.
MM. BOUGIS Bio. vég. marine Villefranche s/mer
RIGAUDY T Chimie SPCN
COLLONGUES T Chimie appliquée
DUBERT T Biochimie
NOZIERES T Physique fondamentale
CADIOT T Chimie organique
IVANOFF T Océanographie physique
FRANÇOIS T Zoologie
TALBOT T Génie chimique
Mme NOUGAREDE T Botanique
MM. BRUHAT T Mathématiques MPC
FOURNET T Electricité générale
DEHEUVELS T Math. propédeutique
FURON T Géologie SPCN
Mme GANS T Génétique
MM. GENEVES T Biologie végétale CPEM
HUPE T Pétrographie
HOLLANDE T Biologie générale
LIONS T Analyse numérique
MAITTE T Chimie organique

MM. NICOLAS T Géologie appliquée
PANIGEL Biologie générale
RAVIER T Pétrographie
MOREL F. T Physiologie comparée
ROSEAU T Mécan. théorique des fluides
ROUBINE T Electronique E.S.E.
SILBER T Chimie CPEM
UEBERSFELD T Electronique
THIRY T Mécanique céleste
ABELES T Physique SPCN
AMAT T Thermodynamique
BALKANSKI T Physique M.P.C.
LE CORRE T Electricité
NATAF T Physique nucléaire & radio-act.
ECHALIER Biologie animale CPEM
BARRAUD T Physique CPEM
DARS Géo. structurale & appliquée
CAMEFORT Botanique (agrégation)
VICHNIEWSKY T Mécan. industrielle
SIGWALT Chimie SPCN
BLAQUIERE Automatique
BARUCH T Physique propédeutique
ARNOUS T Physique théorique
SLONINSKI Génétique
MALLIAVIN T Math. propédeutique
GAUDEMAR Chimie propédeutique
BROUSSE T Mécanique théorique
ROSCH T Astronomie
GUY T Physique expérimentale
LAZARD T Mathématiques MPC
MOREL P. T Physique MPC
ARSAC Programmation
LEFEBVRE T Chimie MPC
BOK T Physique fondamentale
CHAPEVILLE Biochimie
BENOIT T Physique CPEM
RIOT Chimie CPEM
JAUZEIN Géologie ENS
PREVOST G. Biologie cellulaire
FAVARD P. Biologie animale CPEM
Mme CHARNIAUX-COTTON Evol. des êtres organisés
Mlle FICINI Chimie CPEM
MM. LEQUEUX Astronomie
COHEN TANNODJI T Physique atomique
HERVE T Mathématiques
Mme PECKER-WIMEL T Astrophysique
MM. TAVERNIER T Physique PC
DURAND M. Biologie animale SPCN
PASCAUD T Physiologie
Mme PETIT Biologie animale CPEM
MM. CAGNAC Electricité
FALK-VAIRANT T Physique nucléaire
KRASNER T Mathématiques
BENZECRI T Statistiques
VINH MAU T Physique M.G.P.
DUQUESNES T Physique CPEM
SCHUTZENBERGER T Programmation
TREMILLON Chimie MPC
FAYARD Chimie MPC
BUVET Chimie CPEM
AUTHIER Minér. et cristallographie
BONNEVILLE Electrotechnique
Mme PUISEUX DAO Biologie végétale
M. BERGER T Géométrie supérieure
Mlle LIBERMANN T Mathématiques
MM. DEDONDER T Biologie cellulaire
DUFOUR T Electronique I.U.T.
SCHAAL Chimie CPEM
BAUCHOT Anatomie comparée
LANCE BV CPEM
GRAUD T Botanique E.N.S.
HULIN T Physique PC
VIGIER Génétique
GUERN Biologie végétale
SLODZIAN T Chimie CPEM
LACOMBE Logique mathématique
TAVLITZKI Biologie cellulaire
ARVIEU T Physique CPEM
TAKI B.A. CPEM
COLLENOT Chimie propédeutique
BASSELIER Electronique I.U.T.
BADOUAL

Le Secrétaire Général

R. POULLAIN



AVANT-PROPOS

Je prie Monsieur le Professeur P. BASTIEN, Membre de l'Institut, de bien vouloir accepter l'expression de ma respectueuse gratitude pour l'intérêt qu'il a porté à mes recherches et pour l'orientation qu'il a donnée à mon travail au cours de fructueux entretiens.

Je remercie très sincèrement Monsieur J. BENARD, Professeur à la Faculté des Sciences de Paris, de l'intérêt qu'il a bien voulu me témoigner en acceptant de parrainer ma Thèse et d'en présider le Jury.

Cette étude a été exécutée au Centre de Recherches de Physique de l'Ecole Centrale et au Service de Recherches de Métallurgie Appliquée du Centre d'Etudes Nucléaires de Saclay. Je remercie leurs responsables, Monsieur P. AZOU, Chef du Centre de Recherches et Monsieur M. WEISZ, Chef de Service, de l'accueil qu'ils ont bien voulu m'accorder dans leurs laboratoires.

Que tous mes camarades et que tout le personnel trouvent ici l'expression de mon amicale reconnaissance pour l'aide amicale qu'ils m'ont toujours spontanément apportée. Je tiens à remercier plus spécialement Monsieur P. GREGOIRE pour sa collaboration très directe tout au long de ce travail et Madame L. MENY.

J'exprime enfin toute ma gratitude au Commissariat à l'Energie Atomique pour l'aide matérielle qui m'a permis de mener à bien ce travail.

III - Analyse chimique	21
A. Préparation des échantillons	22
B. Mesure gravimétrique	23
IV - Analyse thermique	24
A. Principe de la mesure	25
B. Appareillage	27
C. Détermination des courbes de refroidissement	28
D. Détermination des courbes de la réaction d'oxydation	31

CHAPITRE II - ETUDE DU DIAGRAMME D'ETAT ET DE LA KINETIQUE DES COURBES DE DIFFUSION. CALCUL DU COEFFICIENT DE DIFFUSION CHIMIQUE AUX FAIBLES CONCENTRATIONS EN YTRIUM A L'AIDE DE LA DIFFUSION A L'ETAPE ZERO	42
I - Introduction et diagrammes d'équilibre	43
A. Méthode de mesure	45
B. Résultats	46
C. Méthode de calcul du coefficient de diffusion chimique	47

TABLE DES MATIERES

	Pages
INTRODUCTION	7
PREMIERE PARTIE	9
CHAPITRE I - ANALYSE DES TRAVAUX ANTERIEURS SUR LES ALLIAGES MAGNESIUM-YTTRIUM	9
I - Préparations et traitements thermiques des alliages	9
II - Diagramme d'équilibre magnésium-yttrium	10
A. Solubilité de l'yttrium dans le magnésium	10
B. Phases intermétalliques	10
III - Propriétés mécaniques	15
IV - Conclusion	17
CHAPITRE II - DETERMINATION DU DIAGRAMME D'EQUILIBRE PAR DES METHODES A CONCENTRATION CONSTANTE	19
I - Préparation des alliages	20
II - Examen micrographique	25
III - Analyse radiocristallographique	25
A. Identification des phases	25
B. Relation d'orientation précipité-matrice	26
IV - Analyse thermique	30
A. Principe de la méthode	30
B. Appareillage	31
C. Détermination des lignes liquidus et solidus	31
D. Détermination des limites de la réaction eutectique	33
CHAPITRE III - ETUDE DU DIAGRAMME D'EQUILIBRE PAR LA METHODE DES COUPLES DE DIFFUSION. CALCUL DU COEFFICIENT DE DIFFUSION CHIMIQUE AUX FAIBLES CONCENTRATIONS EN YTTRIUM A L'AIDE DE LA DIFFUSION A L'ETAT SOLIDE	43
I - Détermination du diagramme d'équilibre	43
A. Méthode et matériaux	43
B. Résultats	44
C. Mesure du coefficient de diffusion chimique	51

II - Détermination de la diffusivité pour les faibles concentrations en yttrium	51
CHAPITRE IV - LA CONDUCTIVITE ELECTRIQUE D'ALLIAGES MAGNESIUM-YTTRIUM AUX FAIBLES CONCENTRATIONS EN YTTRIUM	55
I - Matériaux et méthodes	55
II - Résultats et discussion	56
A. Résultats	56
B. Discussion	56
CONCLUSIONS	59
ANNEXE I - Corrections dans l'analyse à la microsonde électronique	61
DEUXIEME PARTIE	65
CHAPITRE V - MECANISMES DE DEFORMATION DU MAGNESIUM PUR ET ETAT STRUCTURAL DU MATERIAU ETUDIE	65
I - Rappels des mécanismes de déformation du magnésium pur	65
A. Modes de déformation	65
B. Mécanismes de déformation	67
C. Déformation à haute température (fluage secondaire)	67
II - Etat structural du matériau étudié	69
A. Traitement thermique	72
B. Grosseur de grain	72
C. Recristallisation	73
D. Textures	73
III - Conclusion	78
CHAPITRE VI - DEFORMATION PLASTIQUE PAR TRACTION	81
I - Réalisation des essais	81
II - Résultats globaux	81
III - Limite élastique	82
A. Description des résultats	82
B. Interprétation des résultats	82
IV - Domaine athermique	82
A. Contrainte athermique	82
B. Limites du domaine athermique	90
V - Domaines thermiques	92
A. Paramètres régissant la déformation	92
B. Discussion	98
VI - Durcissement par déformation	110
A. Taux de consolidation	110

B. Allongement	110
C. Influence de la vitesse sur la contrainte d'écoulement	111
VII - Conclusion	111
CHAPITRE VII - PHENOMENES DE VIEILLISSEMENT DANS LE DOMAINE D'EXISTENCE DE LA SOLUTION SOLIDE : ETUDE DU VIEILLIS- SEMENT PAR DEFORMATION ; MISE EN EVIDENCE D'UNE LIMITE ELASTIQUE SUPERIEURE.	113
I - Matériau et méthode	113
II - Résultats et discussion	114
A. Influence de la déformation	114
B. Influence de la température et de la durée de vieillis- sment	117
C. Influence de la vitesse	130
D. Influence de la concentration	131
III - Interprétation	137
A. Limite élastique supérieure	137
B. Ecoulement plastique discontinu	139
IV - Conclusion	140
CHAPITRE VIII - COMPORTEMENT AU FLUAGE DES ALLIAGES MAGNESIUM- YTTRIUM	141
I - Matériau et méthode	141
II - Résultats et discussion	144
III - Conclusion	150
CONCLUSION GENERALE	163
BIBLIOGRAPHIE	167

PROPRIETES PHYSICO-CHIMIQUES ET MECANQUES DES ALLIAGES DU SYSTEME MAGNESIUM - YTTRIUM

INTRODUCTION

Les industries nucléaire et aéronautique ont des besoins constants de matériaux de structure légers tels que l'aluminium, le béryllium et le magnésium. L'intérêt que présentent ces métaux a suscité de nombreuses recherches pour améliorer leurs propriétés mécaniques. En particulier, la résistance mécanique et la ductilité peuvent être améliorées par des éléments d'addition dont la concentration totale doit rester faible afin que la section de capture des neutrons lents, ou la masse volumique soit peu modifiée. En outre, les facilités d'élaboration et de mise en forme ainsi que la résistance à l'oxydation sont des propriétés importantes.

Pour répondre aux besoins de ces industries, certains alliages de magnésium ont été développés : alliages binaires ou ternaires avec l'aluminium, le zinc, l'argent, le zirconium, le manganèse, le cérium et le thorium. Généralement, l'élément d'addition a pour but de provoquer un durcissement dû à l'existence d'une solution solide et d'une précipitation.

Les métaux des terres rares, sous forme de "mischmetal", (49 % Ce, 26 % La, 19 % Nd et 6 % Pr avec La à 2 % Sm, 0,5 % Gd et 0,5 % Y), se sont révélés comme des éléments d'addition intéressants [1]. Bien que l'yttrium, un des éléments constitutifs du mischmetal, n'appartienne pas aux métaux des terres rares, ses similitudes avec ceux-ci laissaient prévoir son utilisation possible.

Ainsi les alliages magnésium-yttrium ont été l'objet de quelques études, toutefois assez incomplètes. Dans la présente recherche, nous nous proposons de faire le point sur ces travaux en les complétant et d'étudier plus particulièrement les propriétés physiques et mécaniques pour les faibles concentrations en yttrium.

CHAPITRE I

ANALYSE DES TRAVAUX ANTERIEURS
SUR LES ALLIAGES MAGNESIUM-YTTRIUM

I - PREPARATIONS ET TRAITEMENTS THERMIQUES DES ALLIAGES

Toutes les préparations effectuées, à notre connaissance, consistent, à quelques variantes près, en une fusion des deux éléments, à la coulée de l'alliage, suivie d'un recuit.

- a) E.M. SAVITSKII et V.F. TEREKHOVA [2] ont préparé des alliages de concentration jusqu'à 55 % en poids d'yttrium à partir de magnésium pur et d'yttrium de pureté 98,3 % par fusion à 1000° sous argon. Les alliages étaient ensuite écrouis, puis recuits à diverses températures.
- b) E.D. GIBSON et O.N. CARLSON [3] ont préparé des alliages de teneurs couvrant tout le système binaire, à partir de magnésium distillé et d'éponge d'yttrium de pureté 99,5 % par fusion sous pression dans des cartouches scellées, en tantale, placées dans un four à mouvement d'oscillation permettant d'homogénéiser le bain. Les alliages solidifiés étaient ensuite recuits quelques heures seulement en atmosphère inerte puis trempés à l'eau. Des essais en vue d'obtenir des alliages riches en yttrium par métallurgie des poudres sont actuellement poursuivis par ces auteurs.
- c) P. CARO [4] a préparé des alliages contenant jusqu'à 3,5 % en poids d'yttrium par réduction d'un halogénure (chlorure ou fluorure) de ce métal par le magnésium, et coulée sous atmosphère d'argon. Une mise en solution des précipités observés pour ces teneurs n'a pas pu être réalisée par un écrouissage à froid suivi par un recuit en ampoules scellées sous argon à 540°. La distillation du magnésium permet d'enrichir ces alliages en yttrium.
- d) D. MIZER et J.B. CLARK [5] ont préparé à partir d'un alliage-mère obtenu avec du magnésium et de l'yttrium à 99,9 % de pureté des alliages contenant jusqu'à 20 % en poids d'yttrium. Un traitement d'homogénéisation de 16 heures à 520° sous atmosphère de SO₂ était ensuite effectué sur ces alliages.
- e) J.F. SMITH, D.M. BAILEY, D.B. NOVOTNY et J.E. DAVISON [6] utilisent la méthode de E.D. GIBSON et O.N. CARLSON dans les conditions suivantes : maintien de 1 heure à 1000° pour la fusion et refroidissement jusqu'à l'ambiante en 6 à 8 heures. Les lingots étaient ensuite réduits en poudre fine et recuits sous cette forme au-dessous des températures eutectique et péritectique.

II - DIAGRAMME D'EQUILIBRE MAGNESIUM-YTTRIUM

Les diagrammes existants sont représentés sur les figures 1, 2 et 3. Le tableau I indique d'autre part la structure des diverses phases intermétalliques existantes.

A - SOLUBILITE DE L'YTTRIUM DANS LE MAGNESIUM

Du côté du magnésium, le diagramme magnésium-yttrium comporte un point eutectique. La composition de l'eutectique et la solubilité maximale varient considérablement d'un auteur à l'autre.

- a) Pour E.M. SAVITSKII et V.F. TEREKHOVA, l'eutectique se situe à 34 % en poids d'yttrium et $620 \pm 5^\circ$. A la température eutectique, la limite de solubilité de l'yttrium est de 1,6 % en poids.
- b) E.D. GIBSON et O.N. CARLSON trouvent une température et une composition eutectiques très différentes : 567° et 26 % en poids d'yttrium. La solubilité limite serait de 9 % en poids d'yttrium.
- c) D. MIZER et J.B. CLARK trouvent, en prolongeant les temps de recuit, une solubilité plus forte : 12,6 %. Le vieillissement se ferait par précipitation du type WIDMANSTÄTTEN.

B - PHASES INTERMETALLIQUES

Les auteurs ont trouvé l'existence dans le diagramme de trois composés intermétalliques formés par réaction péritectique. Leur identification par analyse radiocristallographique montre des divergences dans les formules qui leur sont attribuées. L'étude la plus complète a été effectuée par J.F. SMITH et D.M. BAILEY.

- a) Le composé intermétallique intervenant dans l'eutectique est formé par réaction péritectique à 605° . E.D. GIBSON et O.N. CARLSON attribuent à cette phase, désignée par ϵ , la formule Mg_{17}Y_3 (39,2 % en poids d'yttrium) et une structure de cube à corps centré de paramètre de maille $a_0 = 11,26 \text{ \AA}$ et de masse volumique $2,3 \text{ g.cm}^{-3}$.

Par la radiocristallographie, J.F. SMITH et D.M. BAILEY ont déterminé pour ce composé un domaine d'homogénéité à 525° allant de 13 à 16 at. % d'yttrium (35,3 à 41,0 % en poids), ce qui correspondrait pour les limites de solubilité aux composés stoechiométriques Mg_{25}Y_4 (13,8 at. % ou 36,8 % en poids) et Mg_{24}Y_5 (17,4 at. % ou 43,2 % en poids), Mg_{17}Y_3 représentant le composé stoechiométrique de composition intermédiaire. Le groupe spatial est $T_d^3 - \bar{1}43 \text{ m}$.

E.M. SAVITSKII et V.F. TEREKHOVA ont attribué à ce premier composé ϵ la formule Mg_3Y (54,8 % en poids d'yttrium), se formant par réaction péritectique à $640 \pm 5^\circ$, de structure de cube à corps centré, avec un paramètre $a_0 = 3,757 \text{ \AA}$. Ultérieurement [7], ils ont adopté le diagramme de E.D. GIBSON et O.N. CARLSON.

P. CARO lui a affecté la formule Mg_5Y (16,7 at. % ou 42 % en poids) et une structure hexagonale compacte de paramètres $a_0 = 3,54 \text{ \AA}$ et $c_0 = 5,76 \text{ \AA}$.

- b) Le deuxième composé, δ , rencontré pour des concentrations croissantes en yttrium est aussi de nature péritectique, la réaction se produisant à 780° . E.D. GIBSON et O.N. CARLSON lui attribuent la formule Mg_5Y_2 (correspondant à 59,4 % en poids d'yttrium) avec une structure orthorhombique de paramètres $a_0 = 5,9 \text{ \AA}$, $b_0 = 11,0 \text{ \AA}$ et $c_0 = 9,8 \text{ \AA}$ et un groupe spatial Cm cm ou $\text{Cm } c2_1$.

P. CARO a trouvé pour δ la structure d'une phase de LAVES de formule

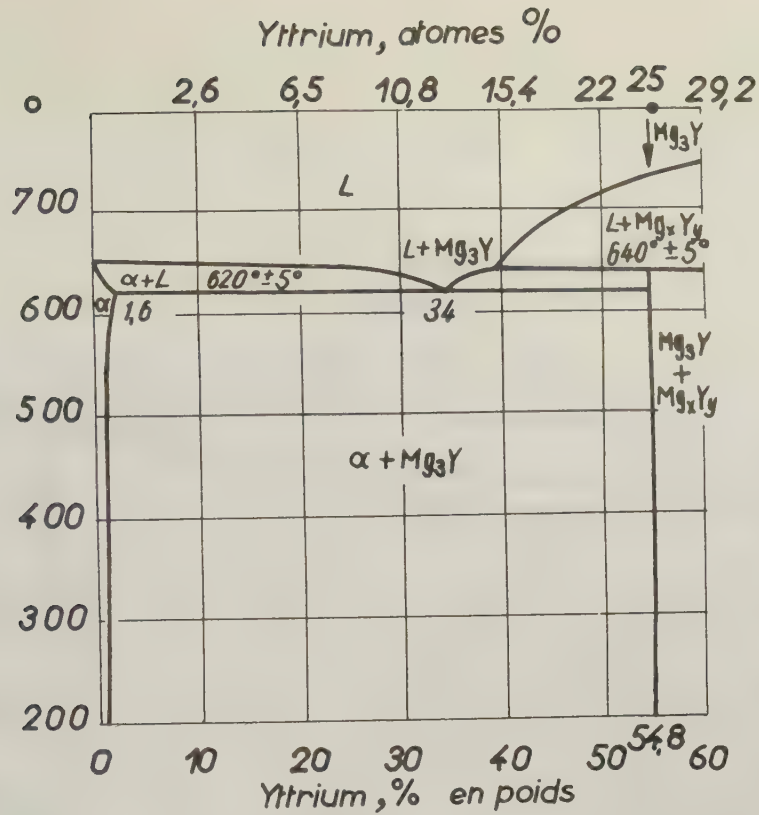


Fig: 1 - Diagramme d'équilibre d'après
V.F. Terekhova et E.M. Savitskii

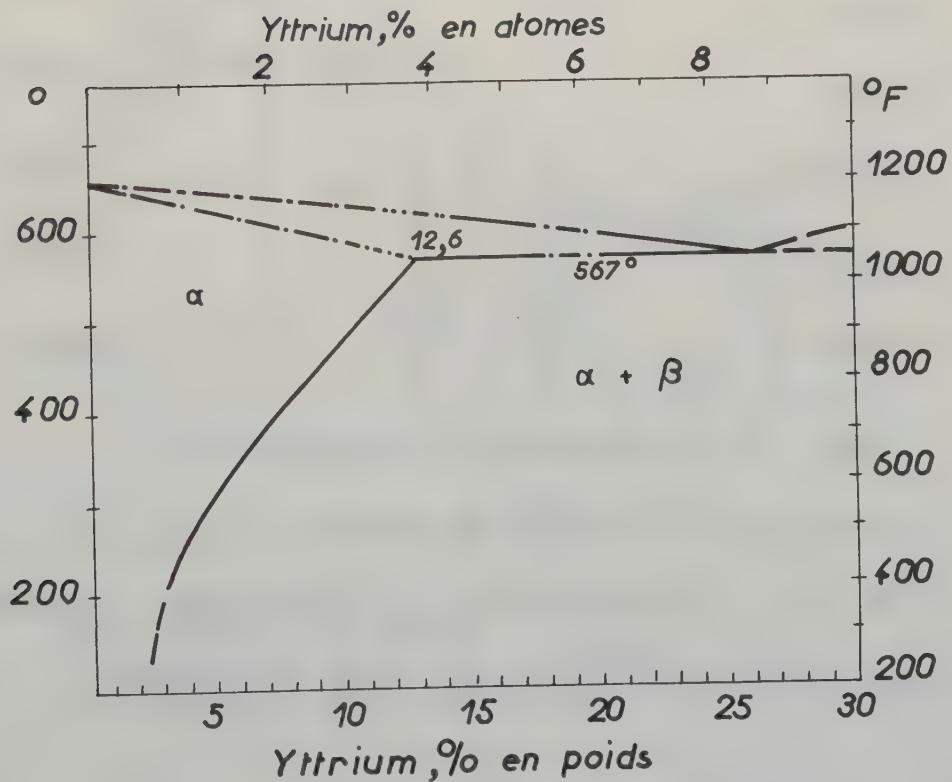


Fig: 2 - Diagramme d'équilibre d'après
D. Mizer et J.B. Clark

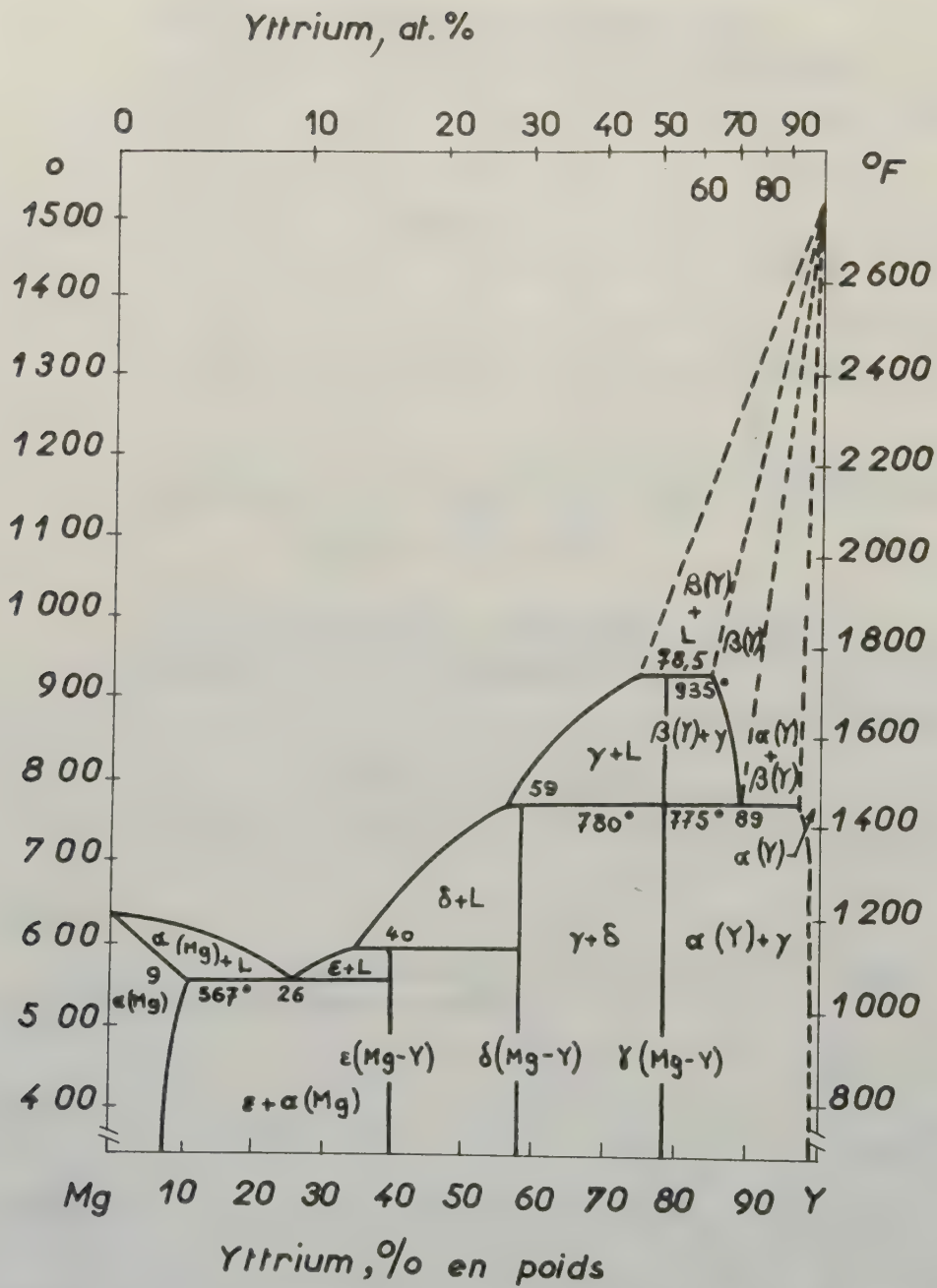


Fig: 3 — DIAGRAMME D'ÉQUILIBRE D'APRÈS
E.D. GIBSON ET O.N. CARLSON .

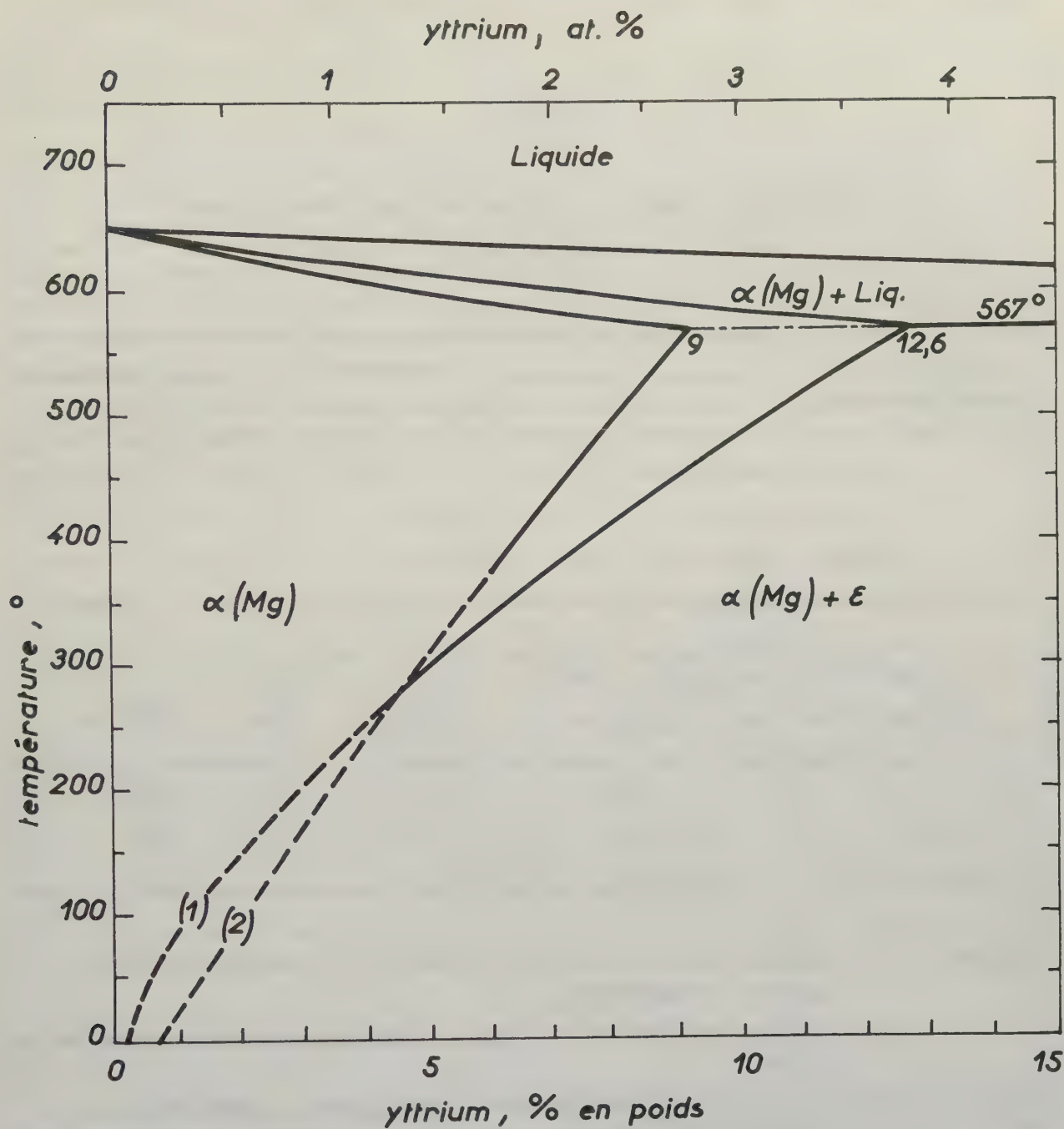


Fig.4.— Solubilité de l'yttrium dans le magnésium :

(1), d'après D. MIZER et J.B. CLARK ;

(2), d'après E.D. GIBSON et O.N. CARLSON .

TABLEAU I

NATURE DES COMPOSES INTERMETALLIQUES RENCONTRES
DANS LE SYSTEME MAGNESIUM - YTTRIUM

Composition, % atomique (pondérale)	Formule	Structure	Paramètres, Å a_o , b_o , c_o	Légende	Références
13,8 (36,8)	$Mg_{25}Y_4, \epsilon$	c.c.c.		1	(6)
15 (39,2)	$Mg_{17}Y_3, \epsilon$	c.c.c.	11,26	2	(3)
16,7 (42)	Mg_5Y, ϵ	h.c.	3,54	3	(4)
17,4 (43,2)	$Mg_{24}Y_5, \epsilon$			1	(6)
25 (54,8)	Mg_3Y, ϵ	c.c.c.	3,757	4	(2)
28,57 (59,4)	Mg_5Y_2, δ	Orth.c.c.	5,9 11,0 9,8	5	(3)
33,33 (64,7)	Mg_2Y, δ	h.c.	6,08 9,78	6	(4)
50 (78,7)	MgY, γ	c.s.	3,80	7	(3)

- Légende :
1. Limites de solution solide déterminées par radiocristallographie de poudre en température.
 2. Structure indexée sur un alliage à 35 % en poids d'yttrium, brut de coulée.
 3. Structure déterminée sur un lingot sublimé très riche en yttrium. Composition déterminée par analyse à la microsonde de précipités dans des alliages de concentration inférieure à 10 %.
 4. Composé présent dans l'eutectique formé.
 5. Structure déterminée sur un monocristal isolé d'un alliage à 50 %.
 6. Composé trouvé dans des alliages de concentrations comprises entre 40 et 70 % en poids d'yttrium.
 7. Structure indexée sur un alliage à 80 % d'yttrium.

Mg_2Y (33,3 at. % ou 64,7 % en poids d'yttrium) et de structure hexagonale avec $a_o = 6,08 \text{ \AA}$ et $c_o = 9,78 \text{ \AA}$ $\left[\frac{c_o}{a_o} = 1,602 \right]$. Cette forme serait la variété stable à basse température.

Il lui correspondrait une forme de cube à faces centrées à haute température [8] (cf. Mg Th_2 , Mg Cu_2).

De même, J.F. SMITH et V.F. BAILEY l'identifient avec une phase de LAVES C14 de formule Mg_2Y , de groupe spatial D_{6h}^{4-} - $P 6_3/m m c$ et de paramètre $a_o = 6,037 \text{ \AA}$ et $c_o = 9,752 \text{ \AA}$. Cette structure est identique à la structure orthorhombique trouvée par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON. Ce composé défini ne donnerait pas de solution solide.

c) Tous les auteurs sont d'accord sur le troisième composé γ . Il se forme par réaction péritectique à 935° . Sa formule est MgY (78,6 % en poids d'yttrium) et sa structure de cube simple avec $a_o = 3,80 \text{ \AA}$. Le domaine d'homogénéité de cette phase de LAVES serait de 2 à 3 atomes %.

d) Une étude thermochimique de ces composés a été faite par J.F. SMITH au moyen de diverses techniques : mesures de pression de vapeur de magnésium et mesures au colorimètre à solution acide. Les résultats sont donnés dans le tableau II.

Tableau II - FONCTIONS THERMODYNAMIQUES DES PHASES Mg Y - Mg_2Y et Mg_{24}Y_5			
Phase	$-\Delta F_{298}^\circ$ kcal.mole ⁻¹	$-\Delta H_{298}^\circ$ kcal.mole ⁻¹	ΔS_{298}° cal.K ⁻¹ mole ⁻¹
Mg Y	$2,9 \pm 0,2$	$3,0 \pm 0,3$	$- 0,3 \pm 0,4$
Mg_2Y	$3,0 \pm 0,2$	$3,4 \pm 0,3$	$- 1,3 \pm 0,4$
Mg_{24}Y_5	$1,9 \pm 0,2$	$1,8 \pm 0,2$	$+ 0,4 \pm 0,3$

III - PROPRIETES MECANIQUES

Certaines caractéristiques mécaniques ont été déterminées par essais de traction simple mais aucune recherche systématique n'a été effectuée pour préciser le rôle de l'élément d'addition.

T.E. LEONTIS [1] a trouvé que l'addition en faible proportion d'yttrium au magnésium (jusqu'à 6 % en poids) améliore les caractéristiques mécaniques du métal de base (fig. 5) de la même façon que celle du thorium.

R.V. LONDON et al. [9] trouvent un résultat analogue pour des concentrations plus importantes et mettent en évidence l'importance d'un vieillissement à des températures intermédiaires (traitement normalisé T_6).

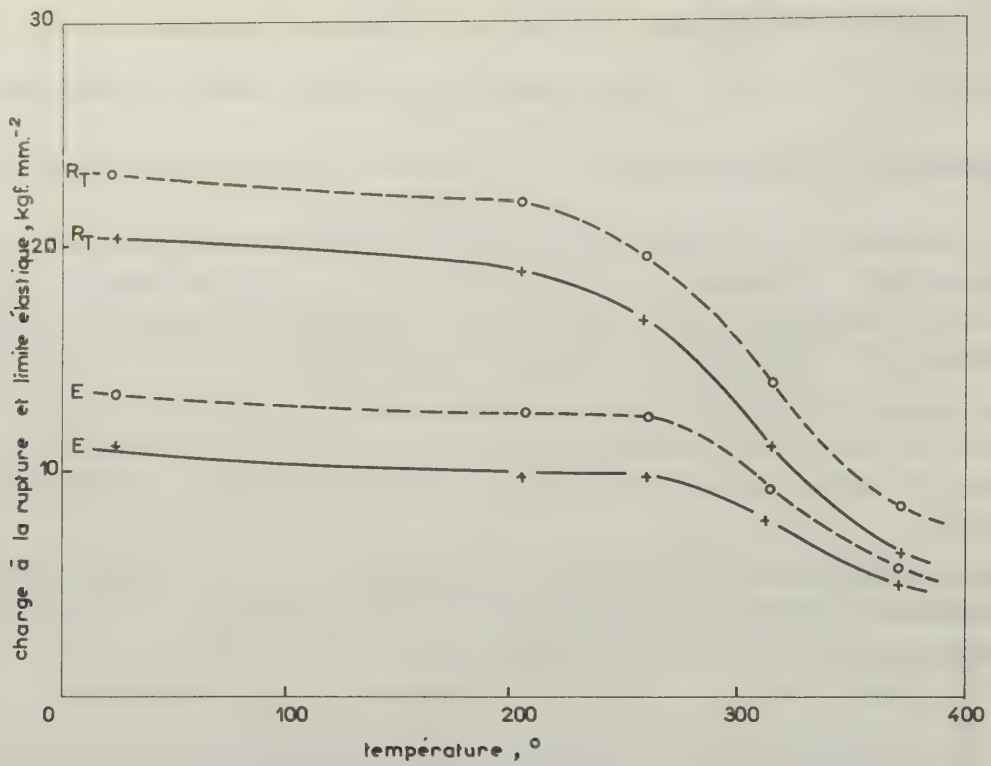


FIG:5_Charge à la rupture et limite élastique pour des alliages
Mg Y à :—+—, 3,5% en poids d'Yttrium; —o—, 6,3% en poids d'Yttrium.

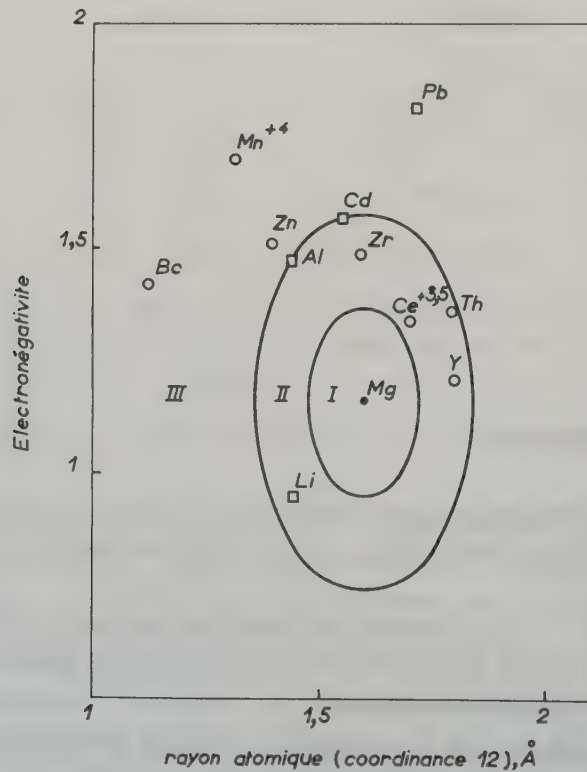


Fig.6.—Carte de DARKEN-GURRY pour le magnésium :

□ Solubilité supérieure à 5 atomes %.

- I Solubilité totale ;
- II Solubilité partielle ;
- III Solubilité nulle .

IV - CONCLUSION

Nous voyons, d'après cette étude bibliographique, qu'il existe des désaccords sur la nature des composés ou phases intermétalliques formés et sur la solubilité de l'yttrium dans le magnésium. Une partie de ces divergences peut provenir de la composition de l'yttrium utilisé, de l'état structural hors d'équilibre des alliages (qui sont soit bruts de coulée, soit préalablement écrouis) et de la durée du recuit d'homogénéisation.

Cependant, le fait d'observer une solubilité importante de l'yttrium va à l'encontre de ce que prévoient les règles de HUME-ROTHERY. Dans la représentation plane de DARKEN et GURY, les éléments sont placés selon leur rayon atomique et leur électro-négativité (fig. 6). Sur ce graphique, les règles de HUME-ROTHERY définissent deux ellipses partageant le plan en trois régions. On s'aperçoit que l'yttrium est pratiquement sur l'ellipse séparant la région de solubilité nulle de celle de solubilité partielle et, par conséquent, devrait être peu soluble dans le magnésium.

Nous nous proposons donc dans une première partie de déterminer à nouveau la région du diagramme d'équilibre du côté riche en magnésium jusqu'à 60 % en poids d'yttrium car, au-delà, l'élaboration d'alliages homogènes et à l'équilibre devient très difficile. Nous faisons appel à la métallographie, l'analyse thermique différentielle (A.T.D.), la radiocristallographie et la diffusivité chimique à l'état solide.

Nous étudions ensuite certaines propriétés physiques et chimiques : résistivité électrique et diffusivité chimique aux faibles concentrations, caractéristiques qui nous sont nécessaires pour l'étude des propriétés mécaniques.

Dans une dernière partie, nous étudions les propriétés mécaniques de quatre alliages à faible concentration en yttrium par des essais de traction à vitesse constante ou à charge constante et nous proposons une explication du rôle de l'yttrium en faisant appel à la théorie des dislocations.

CHAPITRE II

DETERMINATION DU DIAGRAMME D'EQUILIBRE
PAR DES METHODES A CONCENTRATION CONSTANTE

Nous utilisons en premier lieu, pour tracer le diagramme d'équilibre, la méthode classique qui consiste à préparer des alliages de diverses concentrations en yttrium, à étudier leurs structures micrographique et cristallographique et à les soumettre à l'analyse thermique différentielle pour déterminer les lignes correspondant aux transformations thermiques.

I - PREPARATION DES ALLIAGES

Nous avons préparé des alliages à partir de magnésium bidistillé (désigné par Mg_1) et d'yttrium JOHNSON-MATTHEY, dont les teneurs en impuretés sont données dans le tableau III.

Nous utilisons, avec quelques variantes, la méthode de préparation décrite par J.F. SMITH, D.M. BAILEY et al. [6]. Des alliages contenant jusqu'à 57,8 % en poids d'yttrium sont obtenus en plaçant des quantités connues des deux éléments dans un creuset en fer gainé intérieurement de molybdène, comme le préconise P. CARO. Aucune attaque ni aucune diffusion mutuelle entre l'alliage et le gainage ne sont observées au cours des essais. Le creuset est placé dans un cylindre en acier inoxydable entre deux épaisseurs de limaille de zirconium jouant le rôle de piège vis-à-vis des impuretés H_2 et O_2 de l'atmosphère protectrice. Un thermocouple est logé dans ce cylindre, en contact avec le creuset en fer. L'ensemble est alors placé dans l'enceinte d'un four.

Après une montée rapide de la température jusqu'à 600° sous vide primaire (10^{-2} Torr), une atmosphère protectrice d'argon est établie dans l'enceinte à la pression atmosphérique. Cet argon contient initialement moins de $5 \cdot 10^{-6}$ d'oxygène ou d'hydrogène. Les traces d'eau sont enlevées par passage sur du gel de silice et de l'anhydride phosphorique. L'oxygène et l'hydrogène sont éliminés par réaction sur de la limaille de zirconium chauffée à 900°. La fusion se fait alors à 800° pendant 24 heures. Le four est ensuite refroidi en 8 heures à la température de 550° et il y est maintenu pendant 24 heures pour assurer l'homogénéisation à l'état solide de l'alliage. Ce maintien est suivi d'un refroidissement à l'ambiante en 10 heures.

Les lingots d'environ 3 cm³ se présentent alors sous forme cylindrique homogène avec une légère retassure à la partie supérieure, à l'exception de ceux riches en composés intermétalliques qui contiennent des fissures importantes et peuvent donner un produit pulvérulent. Nous pensons que cette fissuration se produit au cours du refroidissement du fait de la différence de dilatation entre les phases constitutives et de la fragilité éventuelle de certaines d'entre elles.

Une observation micrographique sur une surface parallèle à l'axe du lingot

TABLEAU III - ANALYSES CHIMIQUES

A - ANALYSE CHIMIQUE DU MAGNESIUM

N°	Références		Al 10^{-6}	Cd	Cu	Fe	Mn	Si
Mg _I	T.L.H.		< 25	< 0,5	10	25	40	120
Mg _{II}	J.M.		3	-	3	30	10	2

B - ANALYSE CHIMIQUE DE L'YTTRIUM

Référence	Ta 10^{-2}	O 10^{-6}	N	Fe	Ti	Ni	Si	Mn	Cu	Cr	A
J.M.	1,2	5000	1350	2000	850	400	65	18	30	20	15

C - COMPOSITION CHIMIQUE DES ALLIAGES Mg-Y (Fabrication Société OTTO-FUCHS)

N° Alliage	Référence	Y %			Al 10^{-6}	Cd	Cu	Fe	Mn	Si
		Fluores- cence X	Spectro- graphie	Analyse chimique						
1	626	-	0,085	0,06	30	< 0,5	10	30	< 30	100
2	629	0,3	0,35	0,3	75	7	10	40	< 30	150
3	625	1,6	1,5	1,5	50	< 0,5	10	40	< 30	40
4	636	3,1	-	3,2	50	1	20	100	< 30	40
5	652	5	5	5,1	30	< 0,5	10	100	< 30	25
6				8,2						

indique que la diffusion de l'yttrium dans le magnésium liquide a été complète et que les phases formées sont réparties de façon homogène sur toute la hauteur avec, toutefois, quelques ségrégations de particules d'yttrium.

Nous avons systématiquement analysé par spectrographie d'émission tous nos lingots et avons constaté qu'il y avait bon accord avec les teneurs déduites des proportions de départ.

Par ailleurs, nous disposons d'alliages filés contenant jusqu'à 8 % d'yttrium. Pour les concentrations supérieures à 4 %, il se produit une ségrégation en bande de l'yttrium dans le sens du filage au cours du procédé de mise en forme. L'aspect du matériau (fig. 7-a) est alors identique à celui classique des alliages Mg-Zr et Mg-Mn, où les particules ségréguées sont considérées comme constituant les sites de solidification. De telles particules ne peuvent pas être ensuite redissoutes par un traitement thermique très prolongé, ce qui peut être dû, au moins partiellement, au point de fusion très élevé de l'yttrium.

III - EXAMEN MICROGRAPHIQUE

La surface de l'échantillon est polie mécaniquement jusqu'au diamant $1/4 \mu\text{m}$, puis électrolytiquement dans une solution contenant 100 parties de butyl-glycol et 10 parties d'acide perchlorique, sous 30 volts. Les réactifs II et III* sont employés dans le cas des alliages à faible concentration en yttrium. Le réactif II* présente l'avantage par rapport au réactif III* de ne pas provoquer de piqûres de corrosion. Le réactif IV* s'applique dans les mêmes conditions, mais révèle les mâcles. Le réactif I* est utilisé, après polissage jusqu'au papier 600, pour les alliages à plus forte concentration, donnant une couleur orangée plus prononcée lorsque la phase intermétallique révélée est plus riche en yttrium. Les constituants étrangers tels que le tantale, présent sans doute sous forme d'oxyde dans l'yttrium, apparaissent alors avec une couleur bleutée. L'yttrium pur dispersé dans la masse apparaît sous une teinte sombre.

Les figures 7, 8 et 9 présentent les structures ainsi révélées pour quelques alliages bruts de solidification ou après les essais d'analyse thermique différentielle (A.T.D.). Nous distinguons :

- une formation péritectique pour les alliages à 45 % et 57,8 % (fig. 9-b, c).
- une structure où l'on retrouve le mélange des deux structures eutectique et péritectique pour l'alliage à 38,5 % (fig. 9-a).
- une formation eutectique dendritique pour les alliages de teneur 13,9 à 32,7 % (fig. 8).
- une solution solide pour des concentrations allant jusqu'à 11,8 % (fig. 7).

Les résultats relatifs à ces alliages de composition donnée sont répertoriés dans le tableau IV. Nous y avons également mentionné les structures cristallographiques des phases ainsi révélées et les températures de transformation de ces alliages. Ces résultats seront décrits dans la suite du mémoire.

* REACTIFS D'ATTAQUE UTILISES

Réactif I : 90 % alcool éthylique
10 % acide nitrique

Réactif II : 60 % butylglycol (éther monobutylique de l'éthylène glycol)
10 % acide acétique
1 % acide nitrique
29 % eau distillée

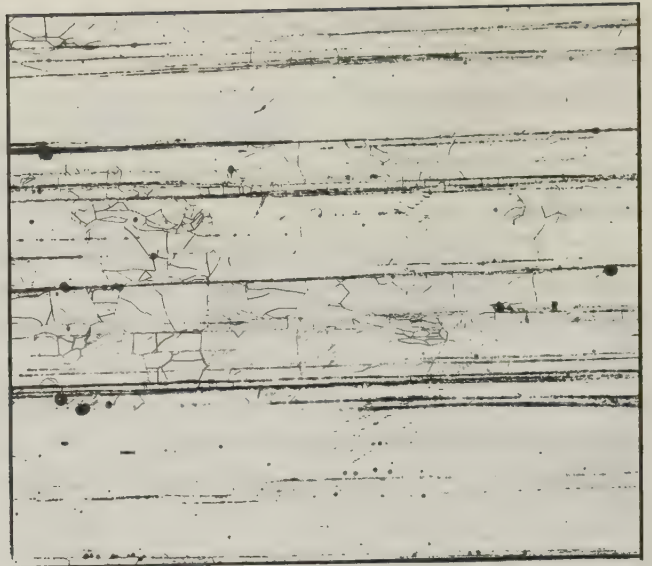
Réactif III : 99 % alcool éthylique
1 % acide nitrique

Réactif IV : 100 parties solution d'acide picrique à 6 % dans l'alcool éthylique
10 parties eau distillée
5 parties acide acétique.

A, $C_{\gamma} = 8,2\%$

Ségrégations en bande dans
la direction de filage.

(G x 50)

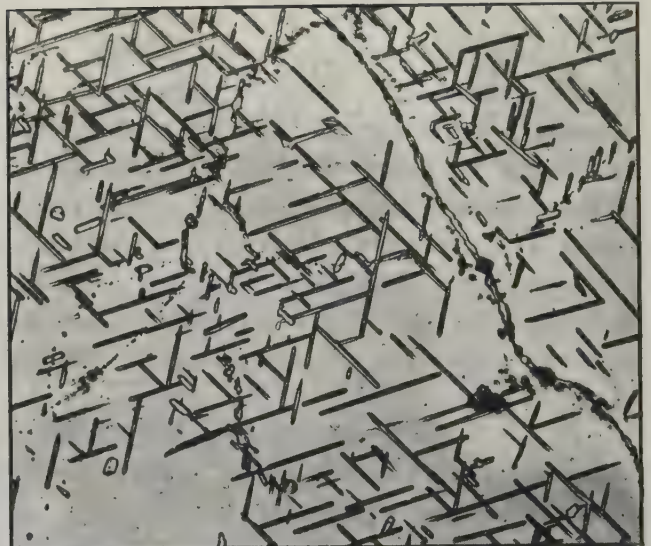


B, $C_{\gamma} = 13,8\%$

Recuit 168 h. à 400°

Précipitations en plaquettes

(G x 200)



C, $C_{\gamma} = 8,2\%$

Refroidi très lentement.

Précipitation en écheveau.

(G x 200)

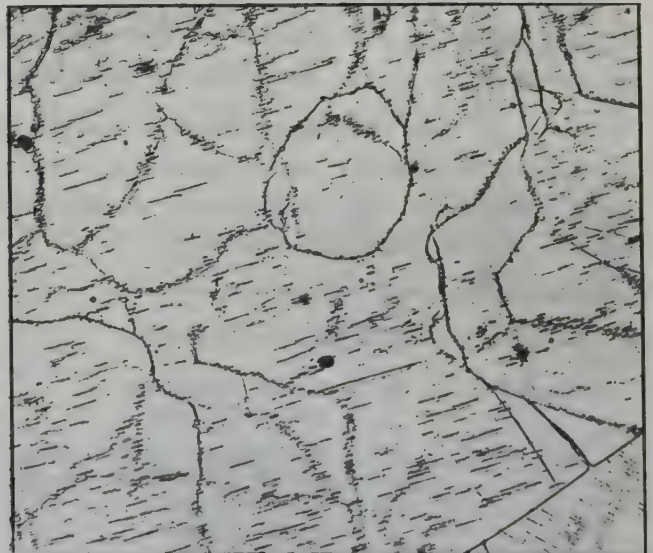
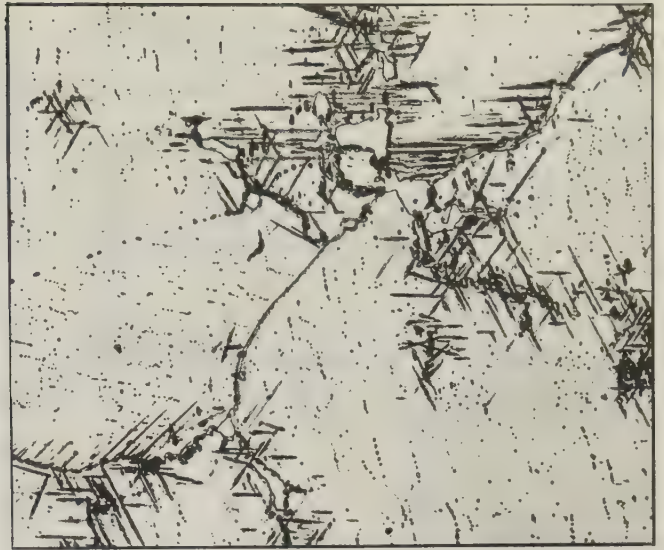


Fig. 7_ Micrographies d'alliages
relatifs au domaine de la solution
solide.

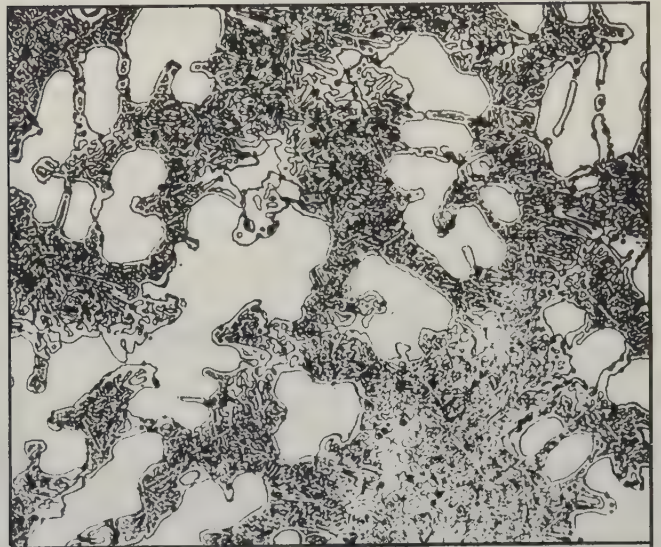
A, $C_{\gamma}=13,8\%$

(G x100)



B, $C_{\gamma}=22,2\%$

(G x100)



C, $C_{\gamma}=32,7\%$

(G x100)

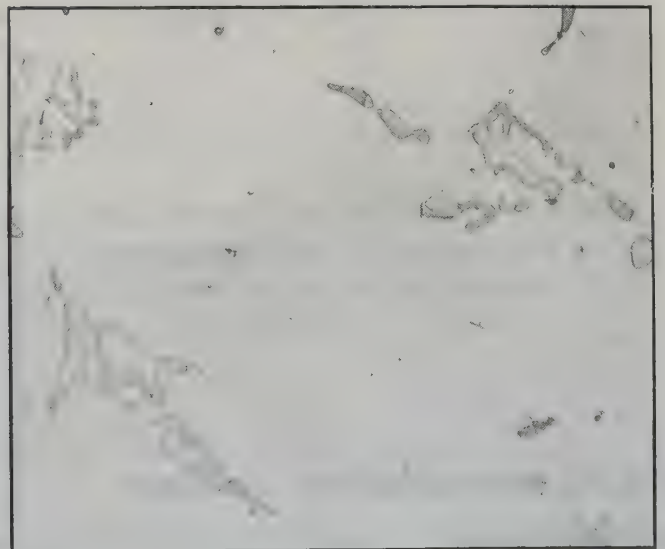
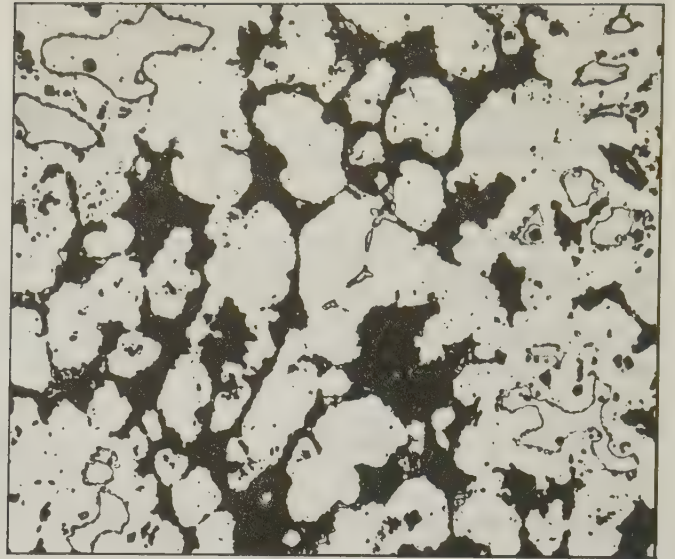


Fig. 8 - Micrographies d'alliages eutectiques -

Structure mixte
Après A.T.D.

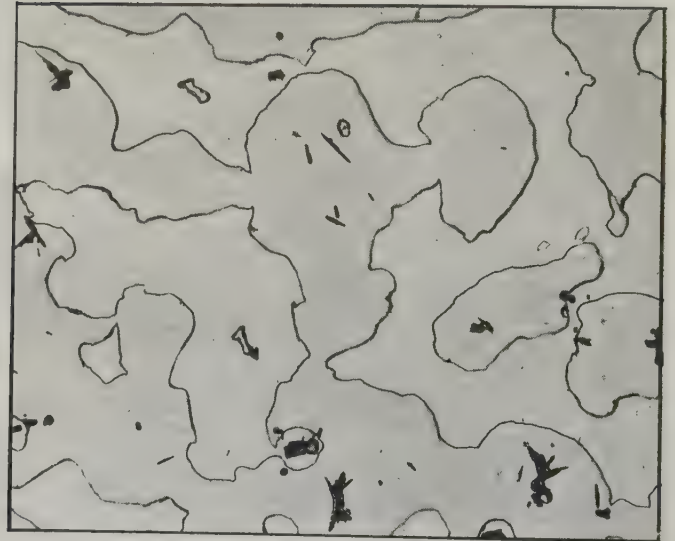
A, $C_\gamma = 38,5\%$

(G x 100)



B, $C_\gamma = 45\%$

(G x 200)



C, $C_\gamma = 57,8\%$

(G x 500)

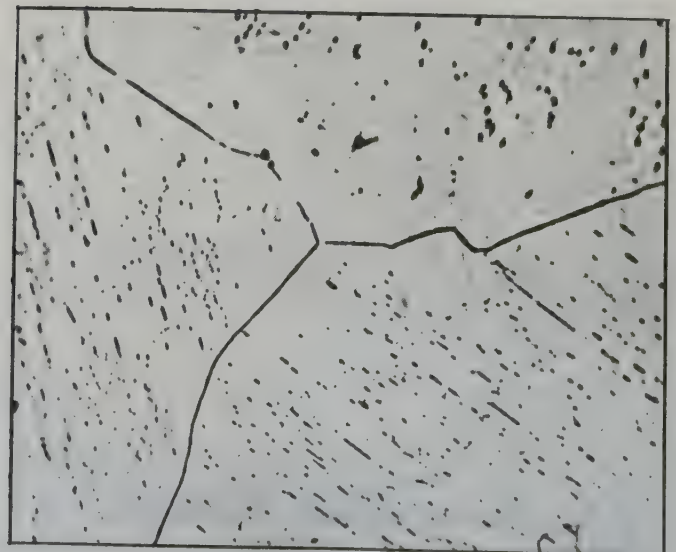


Fig.9_ Micrographies d'alliages
péritectiques

TABLEAU IV - Tableau récapitulatif des résultats obtenus par l'A.T.D., la micrographie optique et la radiocristallographie

Concentration pondérale en yttrium, %	Température de transformation, °	Structure micrographique	Phases en présence
0	650		α
3,1	635 646	Solution solide	$\alpha + \epsilon$
8,2	597 637	" "	$\alpha + \epsilon$
9	590 636	" "	$\alpha + \epsilon$
11,8	570 633	eutectique	$\alpha + \epsilon$
13,9	567 625	"	$\alpha + \epsilon$
17,5	567 610	"	$\alpha + \epsilon$
21,8	567 590	"	$\alpha + \epsilon$
22,2	567 587	"	$\alpha + \epsilon$
25,2	567 577	"	$\alpha + \epsilon$
27,8	567 575	"	$\alpha + \epsilon$
32,7	567 603	"	$\alpha + \epsilon$
38,5	580 605 635	mixte	$\alpha + \epsilon + \delta$
45	605 686	péritectique	$\epsilon + \delta$
57,8	605 752	"	$\epsilon + \delta$

En outre, dans tous ces alliages, de fines dispersions d'yttrium (analyse effectuée à la microsonde électronique) sont présentes.

Des traitements thermiques de précipitation, effectués sur des solutions solides sursaturées nous permettent de retrouver les deux types de précipités, d'une part sous forme de plaquettes et d'autre part avec localisation préférentielle sur la sous-structure, qui avaient été observés par D. MIZER et J.B. CLARK (fig. 7-b, c).

III - ANALYSE RADIOCRISTALLOGRAPHIQUE

A - IDENTIFICATION DES PHASES

Les échantillons bruts de solidification après refroidissement dans le four sont

analysés par la méthode des poudres en réflexion pour la détermination des phases présentes [10]. Nous utilisons le rayonnement monochromatique K_{α} du cuivre obtenu à l'aide d'un cristal courbe de quartz ($\lambda K_{\alpha} = 1,5405 \text{ \AA}$). Le spectre de diffraction est enregistré à l'aide d'un diffractomètre comprenant un goniomètre à compteur GEIGER-MULLER. Le réglage du goniomètre est vérifié en déterminant le paramètre cristallin d'un échantillon d'argent (c.f.c ; $a_0 = 4,086 \text{ \AA}$).

Les diagrammes de diffraction X ainsi obtenus sont représentés schématiquement sur les figures 10 et 11, où une intensité unité est prise pour la raie la plus intense et aucune correction d'intensité n'est effectuée. Ces diagrammes représentent la superposition des spectres de diffraction des diverses phases présentes dans nos alliages, c'est-à-dire la solution solide α et les phases ϵ et δ (tableau IV). Ces spectres sont alors analysés de façon classique.

a) Phase ϵ

Les alliages de structure eutectique présentent un spectre de diffraction qui s'indexe à partir de la structure du magnésium pur et de celle d'une phase ϵ cubique centrée. Le paramètre de la maille est calculé avec une précision de l'ordre de $\pm 0,001 \text{ \AA}$ par la méthode des moindres carrés sur le graphique représentant la valeur apparente du paramètre calculé pour les différentes raies de diffraction en fonction de la variable de NELSON et RILEY : $\frac{1}{2} \left| \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right|$, θ étant l'angle de Bragg des diverses raies du diagramme. Le détail du calcul est reproduit pour l'alliage à 22,2 % en poids d'yttrium (fig. 12 - tableau V). La même détermination est effectuée par la méthode de BRADLEY et JAY (fig. 13) où la variable est $\sin^2 \theta$. La deuxième méthode est moins précise pour les faibles angles. Le paramètre de la maille est trouvé égal à : $a_0 = 11,253 \text{ \AA}$. Ce résultat concorde avec celui trouvé par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON ($a_0 = 11,25 \text{ \AA}$) et par J.F. SMITH et D.M. BAILEY ($a_0 = 11,251 \text{ \AA}$).

b) Phase δ

Les alliages à deux phases de formation péritectique ont un diagramme de diffraction qui s'indexe à partir de la phase ϵ et d'une phase de structure hexagonale δ dont le diagramme pour l'alliage à 57,8 % en poids d'yttrium est indexé de la façon indiquée dans le tableau VI (fig. 14). Les paramètres de la maille sont : $a_0 = 6,033 \text{ \AA}$, $c_0 = 9,748 \text{ \AA}$, sensiblement identiques à ceux trouvés par J.F. SMITH et D.M. BAILEY ($a_0 = 6,037 \text{ \AA}$, $c_0 = 9,752 \text{ \AA}$).

B - RELATION D'ORIENTATION PRECIPITE-MATRICE

L'alliage à 13,8 % en poids d'yttrium a subi un traitement d'homogénéisation puis de précipitation consistant en un maintien de 48 heures à 550° suivi d'un maintien de 144 heures à 400° puis trempe à l'air. Nous obtenons ainsi la formation de précipités de WIDMANSTÄTTEN qui se présentent sous forme de plaquettes. Leur germination se produit aux joints de grains, constitués par l'eutectique et leur croissance gagne tout le grain.

Une série de clichés de micro LAUE en réflexion (diamètre du collimateur = 0,03 mm) obtenus en utilisant le fond continu de l'émission X du tungstène (sous 30 kV et 3 mA) permet de déterminer l'orientation des divers grains de l'échantillon polycristallin. A partir des orientations correspondantes des traces de ces plaquettes sur la surface observée, nous déterminons (par la méthode classique des intersections) le plan d'accolement précipité-matrice : c'est le plan de maillage $\{10\bar{1}2\}$.

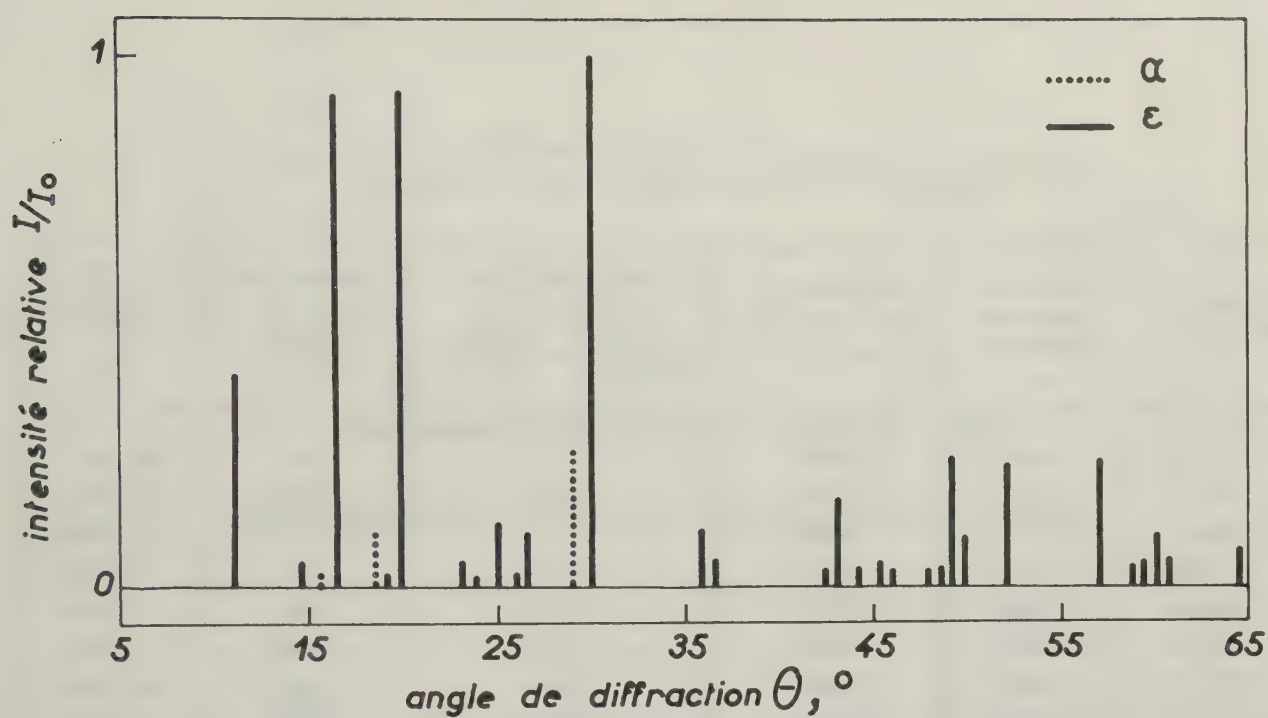


Fig.10.— Diagramme de diffraction de l'alliage à 22,2% en poids d'yttrium.

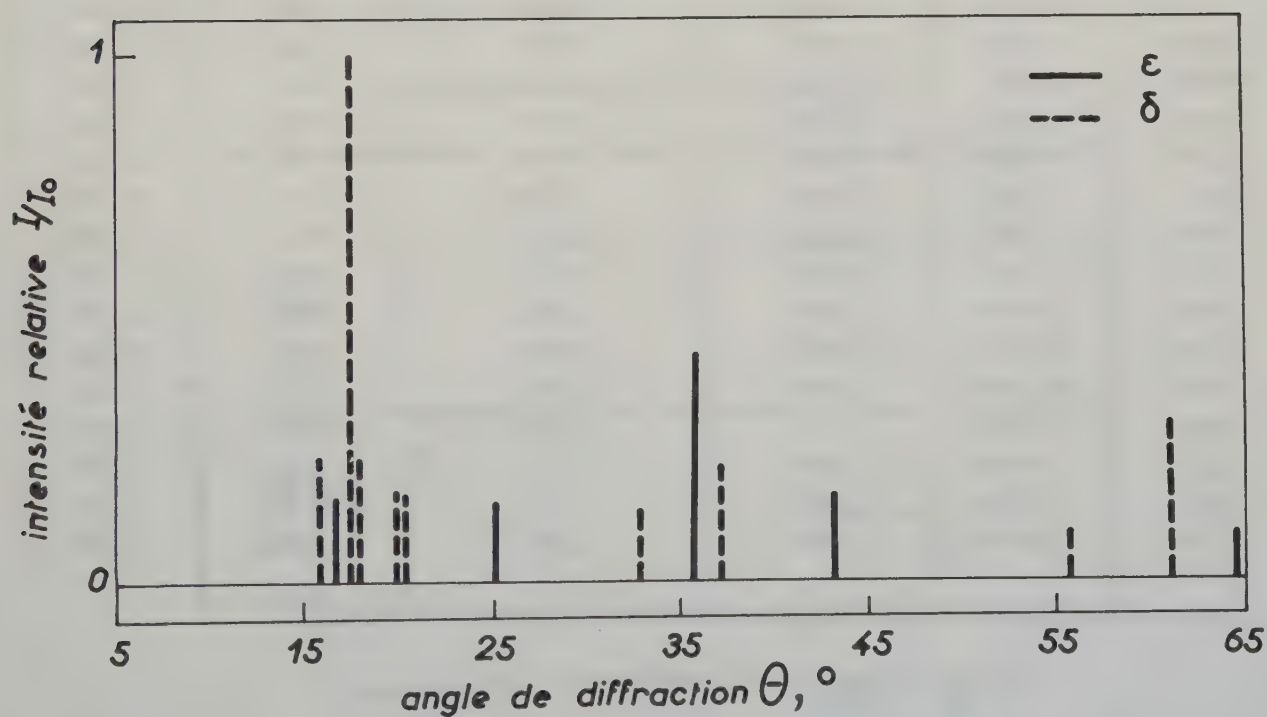


Fig.11.— Diagramme de diffraction de l'alliage à 57,8% en poids d'yttrium.

TABLEAU V - COMPOSE CUBIQUE CENTRE

Angle de DEBYE θ	Distance inter-ré- ticulaire d_A°	Paramètre de BRADLEY $\sin^2 \theta$	Paramètre de NELSON-RILEY $\frac{1}{2} \left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$	Indices des plans réti- culaires h k l	Paramètre calculé Å
9,63	4,606	0,0280	-	211	11,414
14,81	3,0143	0,0654	3,636	321	11,278
16,84	2,656	0,0839	3,140	411	11,268
18,60	2,4148	0,1017	2,792	332	11,327
19,58	2,2985	0,1123	2,623	422	11,235
22,00	2,0562	0,1403	2,267	521	11,262
23,45	1,9354	0,1583	2,086	530	11,286
24,98	1,8240	0,1783	1,916	611	11,244
26,43	1,7304	0,1981	1,770	541	11,098
26,98	1,6978	0,2053	1,719	622	11,262
30,22	1,5305	0,2533	1,450	721	11,247
35,50	1,3264	0,3372	1,106	822	11,255
36,10	1,3070	0,3472	1,072	831	11,243
42,15	1,1478	0,4504	0,783	844	11,246
42,65	1,1368	0,4591	0,768	941	11,254
44,25	1,1039	0,4869	0,700	862	11,257
45,35	1,0826	0,5061	0,659	666	11,251
45,85	1,0733	0,5149	0,641	765	11,257
48	1,0363	0,5523	0,569	10,41	11,257
48,55	1,0275	0,5618	0,551	10,42	11,256
49,10	1,019	0,5713	0,534	945	11,255
50,20	1,0025	0,5903	0,501	963	11,253
52,40	0,97218	0,6277	0,439	882	11,250
56,96	0,91843	0,7028	0,327	11,52	11,248
58,40	0,90434	0,7254	0,296	983	11,248
64,55	0,85302	0,8154	0,184	10,75	11,250
68,25	0,82928	0,8627	0,131	12,62	11,249
72,40	0,80808	0,9086	0,084	11,83	11,255

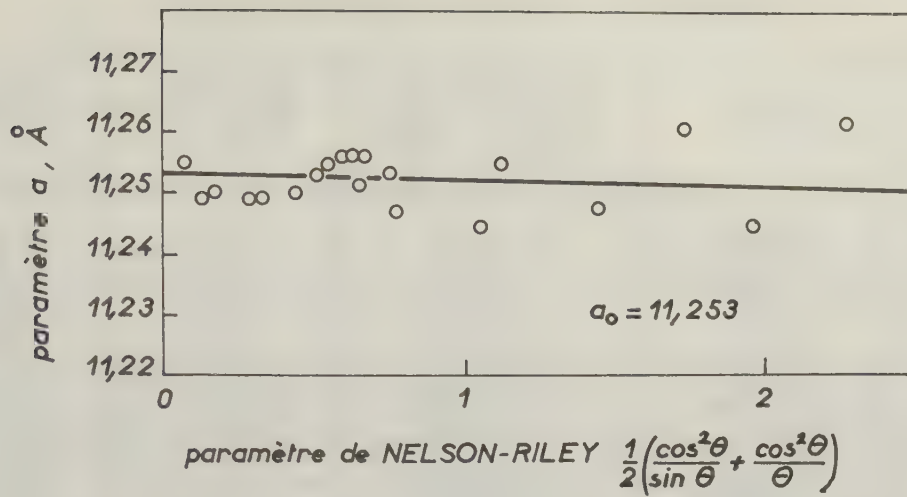


Fig.12. — Détermination du paramètre de la maille de la phase $\mathcal{E}$.

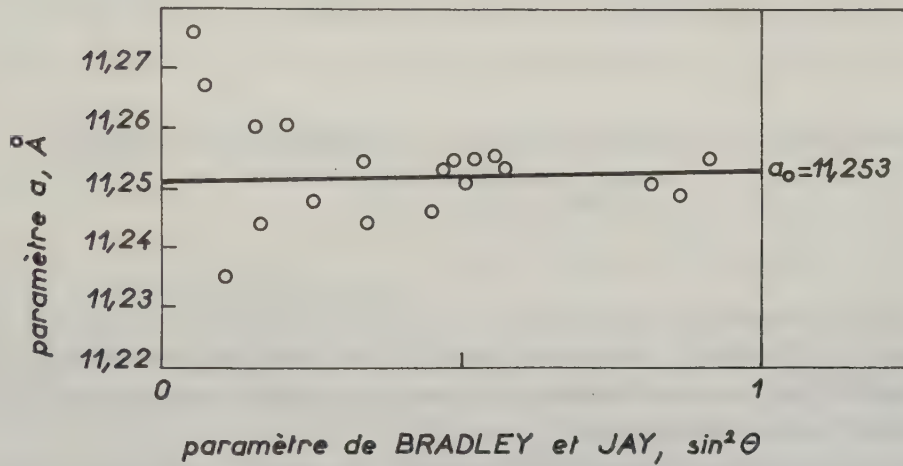


Fig.13. — Détermination du paramètre de la maille de la phase $\mathcal{E}$.

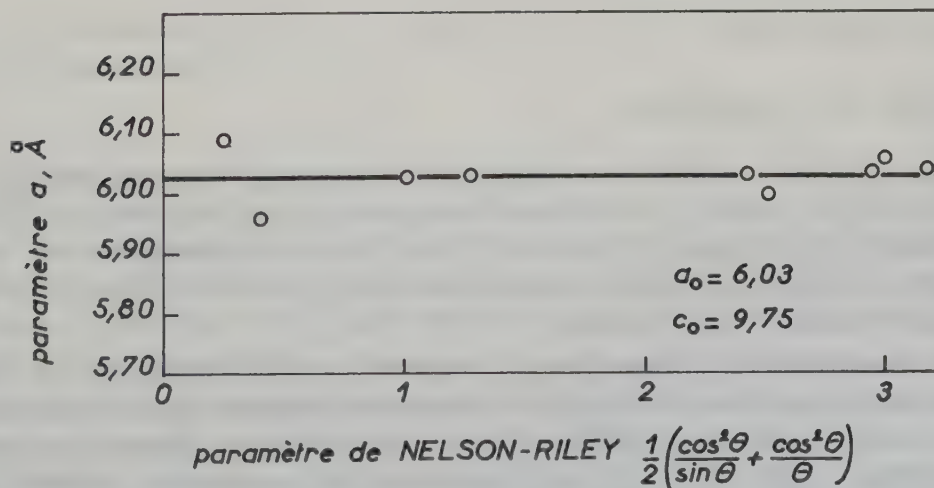


Fig.14. — Détermination du paramètre a_0 de la maille de la phase $\mathcal{J}$.

TABLEAU VI - COMPOSE HEXAGONAL δ

Angle de DEBYE θ_o	Distance réticulaire d A	Paramètre de NELSON-RILEY $\frac{1}{2} \left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$	Indices des plans réti- culaires h k l	Paramètre calculé a_o $\frac{c}{a} = 0,6191$
16,20	2,7609	3,284	10.3	6,0384
17,48	2,5765	3,005	11.2	6,0609
17,78	2,5246	2,946	20.1	6,0361
19,75	2,2804	2,596	20.2	5,976
20,41	2,2087	2,4935	10.4	6,0355
32,54	1,4319	1,286	31.1	6,027
36,95	1,7813	1,027	22.4	6,0281
55,70	0,093239	0,356	42.3	5,955
61,04	0,88059	0,244	42.4	6,085

Nous adoptons la relation d'orientation précipité-matrice, suivante :

$$\{111\}_{\epsilon} \parallel \{0002\} \text{ Mg}$$

$$\{110\}_{\epsilon} \parallel \{1010\} \text{ Mg}$$

Cette relation a été théoriquement établie pour les alliages magnésium-manganèse α (de structure sensiblement identique à celle de la phase ϵ), en utilisant le critère de MEHL et BARRETT qui requiert des distances interréticulaires et une distribution atomique voisines de chaque côté de la surface d'accolement.

Les fins précipités disposés sous les sous-structures, observés pour une concentration en yttrium plus faible, seraient des cylindres d'axe parallèle à l'axe sénnaire $[0001]$.

IV - ANALYSE THERMIQUE

A - PRINCIPE DE LA METHODE

Nous utilisons l'analyse thermique différentielle (A.T.D.) pour établir les courbes de liquidus et de solidus, les réactions eutectiques et les réactions péritectiques du diagramme d'équilibre. Les lignes de solubilité à l'état solide ne peuvent pas être déterminées par cette méthode, en raison des faibles quantités de chaleur mises en jeu et de la lenteur d'établissement de l'équilibre dans le solide.

La température de l'échantillon est comparée à celle d'un témoin, de capacité calorifique équivalente, en titane. Ce corps est inerte thermiquement dans l'intervalle de température exploré. L'ensemble échantillon étudié - échantillon de référence est soumis à la même loi de chauffage ($300^\circ \cdot h^{-1}$) et de refroidissement (loi sensiblement constante de valeur $300^\circ \cdot h^{-1}$). Dans ces conditions la différence de température entre les deux reste pratiquement constante.

B - APPAREILLAGE

L'appareil utilisé se compose de deux parties distinctes :

- a) les échantillons et l'analyseur thermique proprement dit ;
- b) le dispositif d'enregistrement.

a) Les échantillons et l'analyseur thermique (fig. 15)

Les échantillons ont été soit usinés pour s'adapter au mieux aux dimensions du creuset, soit mis sous forme de poudre fine dans le cas des alliages riches en composés intermédiaires.

Les creusets cylindriques de volume $0,3 \text{ cm}^3$ portent à leur partie inférieure un logement qui permet de placer la soudure chaude d'un thermocouple Pt/Pt-Rh à 10 % au tiers de la hauteur du creuset. L'ensemble se compose ainsi de trois creusets contenant, l'un le matériau à étudier, les deux autres un échantillon cylindrique de titane qui présente un volume voisin de l'échantillon étudié et une capacité calorifique comparable. Les creusets sont disposés dans un moufle en alumine qui assure l'homogénéité de la température, et sont supportés par trois gaines d'alumine contenant trois thermocouples. Le tube laboratoire et le four sont placés de telle façon que le moufle et les creusets soient au centre. Le chauffage du four à vitesse constante est obtenu par un autotransformateur piloté par une régulation à programme.

Les essais sont effectués sous atmosphère d'argon que l'on a purifié, à la pression atmosphérique, et l'appareil peut fonctionner jusqu'à une température maximale de 1000° .

b) Le dispositif d'enregistrement

La différence de température entre l'échantillon étudié et un des échantillons de référence est mesurée, par l'intermédiaire d'un amplificateur à courant continu, sur une des deux voies d'un enregistreur continu dont l'échelle totale de lecture de 250 mm correspond à une force électromotrice de $100 \mu\text{V}$, ce qui correspond dans notre cas à environ 10° . La température, mesurée au niveau du deuxième échantillon de référence, est enregistrée sur la seconde voie. Nous obtenons ainsi sur un même graphique la variation de la différence de température et la loi de chauffage ou de refroidissement. Les thermocouples sont étalonnés à l'aide de la température de fusion du magnésium qui est prise égale à 650° , dans l'échelle de température (paragraphe IV-D).

C - DETERMINATION DES LIGNES LIQUIDUS ET SOLIDUS

Les enregistrements correspondant aux divers types de réaction sont représentés sur les figures 16 et 17. En A.T.D. la température d'une transformation isotherme est prise, selon les auteurs, en divers points caractéristiques de la courbe différentielle :

- a) déviation par rapport à la "ligne de base" (ligne qui existerait dans le cas où l'échantillon ne serait le siège d'aucun phénomène thermique, et qui s'obtient par extrapolation). Cette détermination est très peu utilisée par suite de son imprécision ;
- b) intersection de la ligne de base avec la tangente à la partie rectiligne de la courbe déviée ;
- c) sommet du pic.

Ces deux dernières déterminations sont également utilisées, mais les raisons du

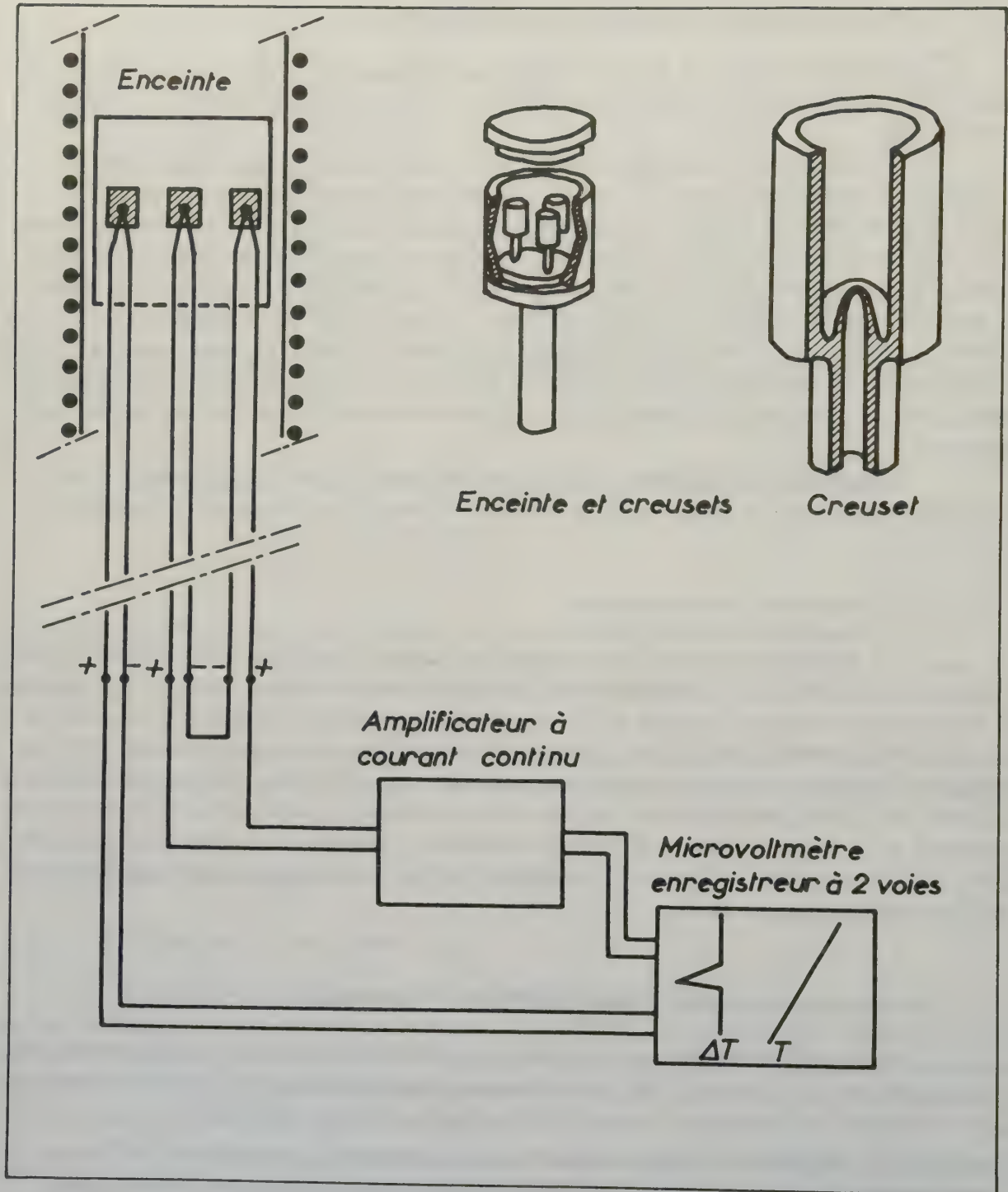
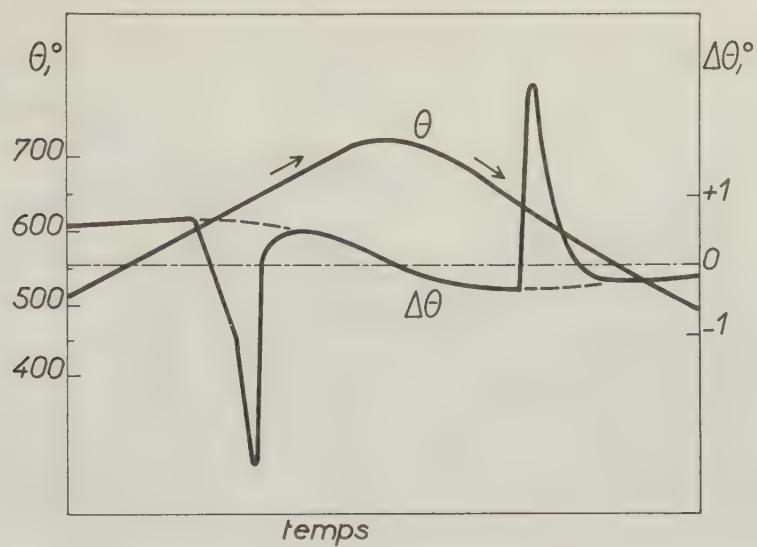
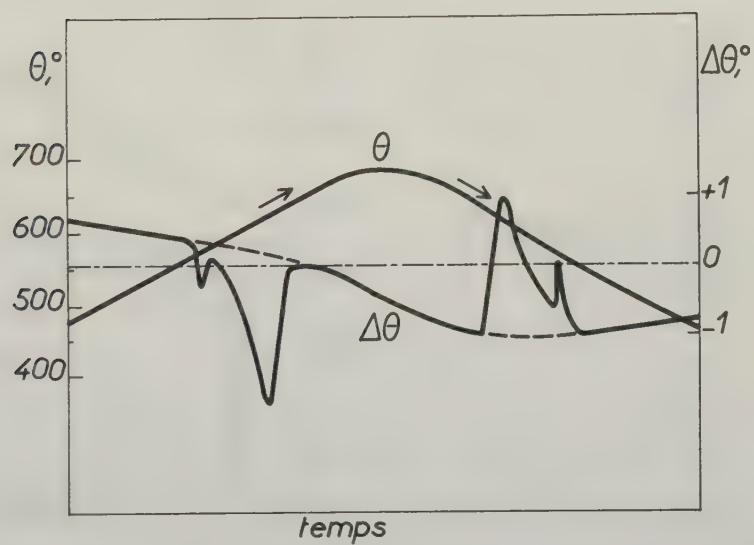


Fig. 15.- Schéma de l'analyseur thermique différentiel.

8,2% en poids



13,9% en poids



17,5% en poids

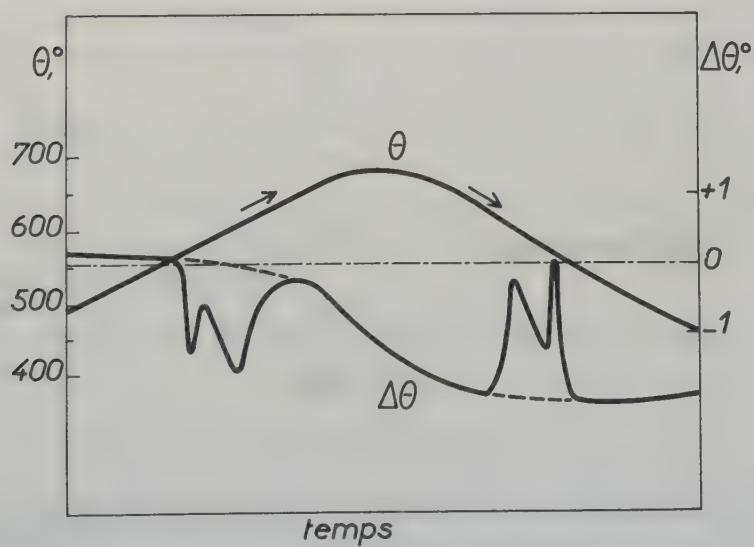
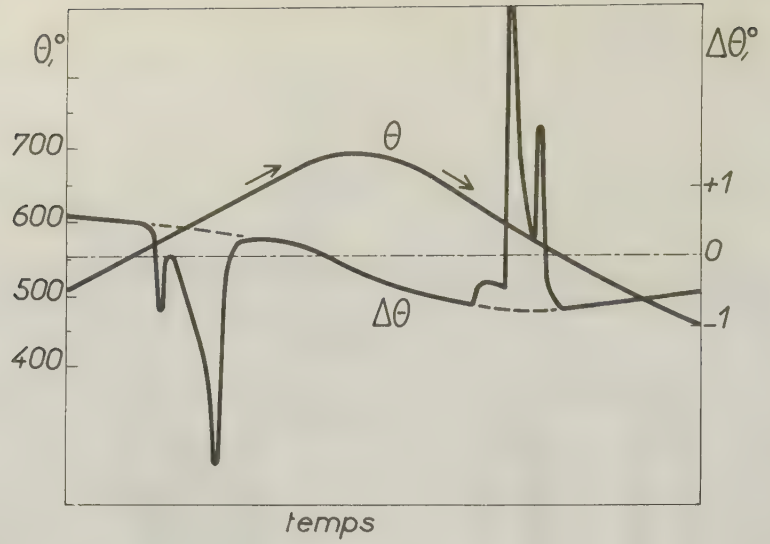
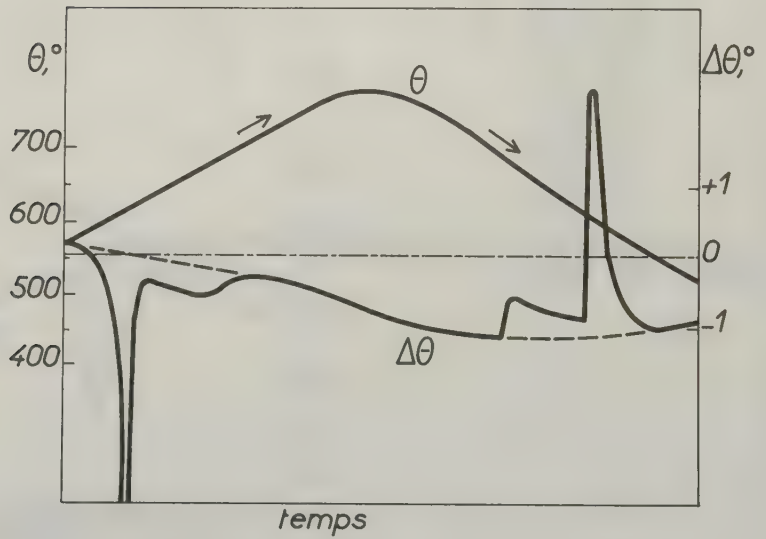


Fig. 16. – Enregistrements d'A.T.D. des alliages magnésium yttrium

38,5% en poids



45% en poids



57,8% en poids

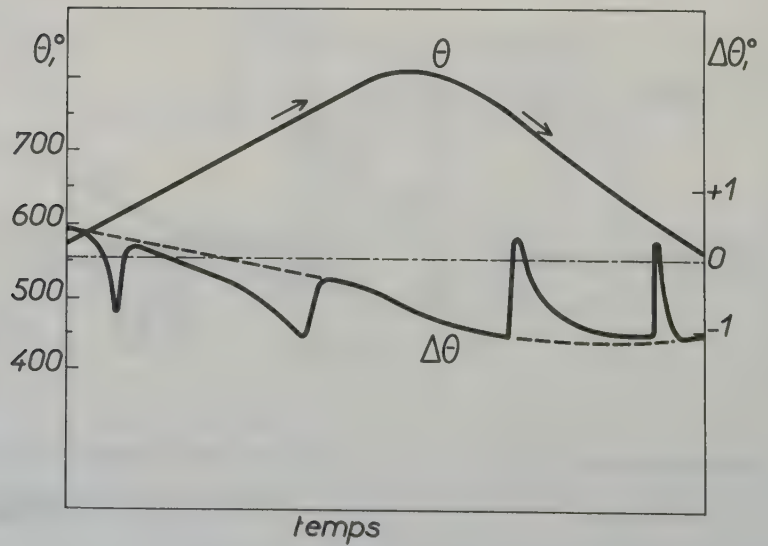


Fig. 17.- Enregistrements d'A.T.D. des alliages magnésium yttrium

choix effectué ne sont généralement pas données. Cependant l'étude théorique de H.T. SMITH [11] montre que le choix doit tenir compte des conditions expérimentales : pour le type de montage (le plus courant) qui est employé ici, dans lequel on oppose les températures prises au centre des éprouvettes, la température réelle de transformation est intermédiaire entre celles déterminées par les deux procédés b) et c) ci-dessus. En outre cette étude indique que, lorsqu'il n'y a pas hystérésis, les résultats obtenus au chauffage sont inférieurs à ceux obtenus au cours du refroidissement.

En effet les lois de chauffage et de refroidissement sont identiques pour l'éprouvette et le témoin uniquement à la surface extérieure. A l'intérieur des échantillons existe naturellement un gradient thermique. Ainsi la transformation débute à la périphérie de l'éprouvette et entraîne un ralentissement de la loi de chauffage ou de refroidissement au niveau du thermocouple, jusqu'à ce qu'elle atteigne ce point. Au niveau du thermocouple, la température se trouve ainsi en retard par rapport à celle que l'on mesure au centre de l'échantillon de référence. Nous observons cette particularité pour les réactions eutectiques et péritectiques. La température adoptée sera la moyenne des températures déterminées au chauffage et au refroidissement.

Les températures de transformation ainsi déterminées pour les alliages étudiés sont données dans le tableau IV. Elles nous permettent de tracer les lignes liquidus et solidus du diagramme d'équilibre entre les limites de concentration 0 et 58 % en poids d'yttrium (figure 18). Sur ce diagramme partiel sont également représentées les lignes obtenues antérieurement par d'autres auteurs.

Nous remarquons que :

a) la température de la réaction eutectique :

$$\theta_E = 567^\circ \pm 2^\circ$$

et celle de la réaction péritectique :

$$\theta_P = 605^\circ \pm 2^\circ$$

sont identiques aux valeurs antérieurement trouvées,

b) du côté riche en magnésium, la courbe solidus s'identifie avec celle déterminée par D. MIZER et J.B. CLARK. Par contre la courbe liquidus se trouve déplacée vers des températures plus élevées et se confond avec celle trouvée par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON. De tels résultats indiqueraient que la concentration en yttrium de l'eutectique pur serait égale à celle précédemment trouvée, 26 %, par ces deux auteurs. Mais la solubilité limite de l'yttrium dans le magnésium à la température eutectique serait supérieure à celle trouvée par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON (9 %) et pourrait s'identifier au résultat de D. MIZER et J.B. CLARK (12,6 %). Il nous a donc semblé utile de déterminer avec plus de précision les limites en composition de la réaction eutectique. C'est ce que nous avons effectué selon une méthode que nous décrirons par la suite,

c) dans le domaine de la réaction péritectique, les lignes liquidus associées s'identifient sensiblement avec celles précédemment trouvées.

D - DETERMINATION DES LIMITES DE LA REACTION EUTECTIQUE

Les résultats obtenus précédemment (tableau IV) montrent que la réaction eutectique se produit à 567° entre l'eutectique E, la solution solide α et la phase ϵ , de concentrations en poids d'yttrium respectives x_1 , x_0 et x_2 (fig. 19). La chaleur totale Q_1 de la réaction dans un volume constant V d'alliage hypo-eutectique de concentration x , est :

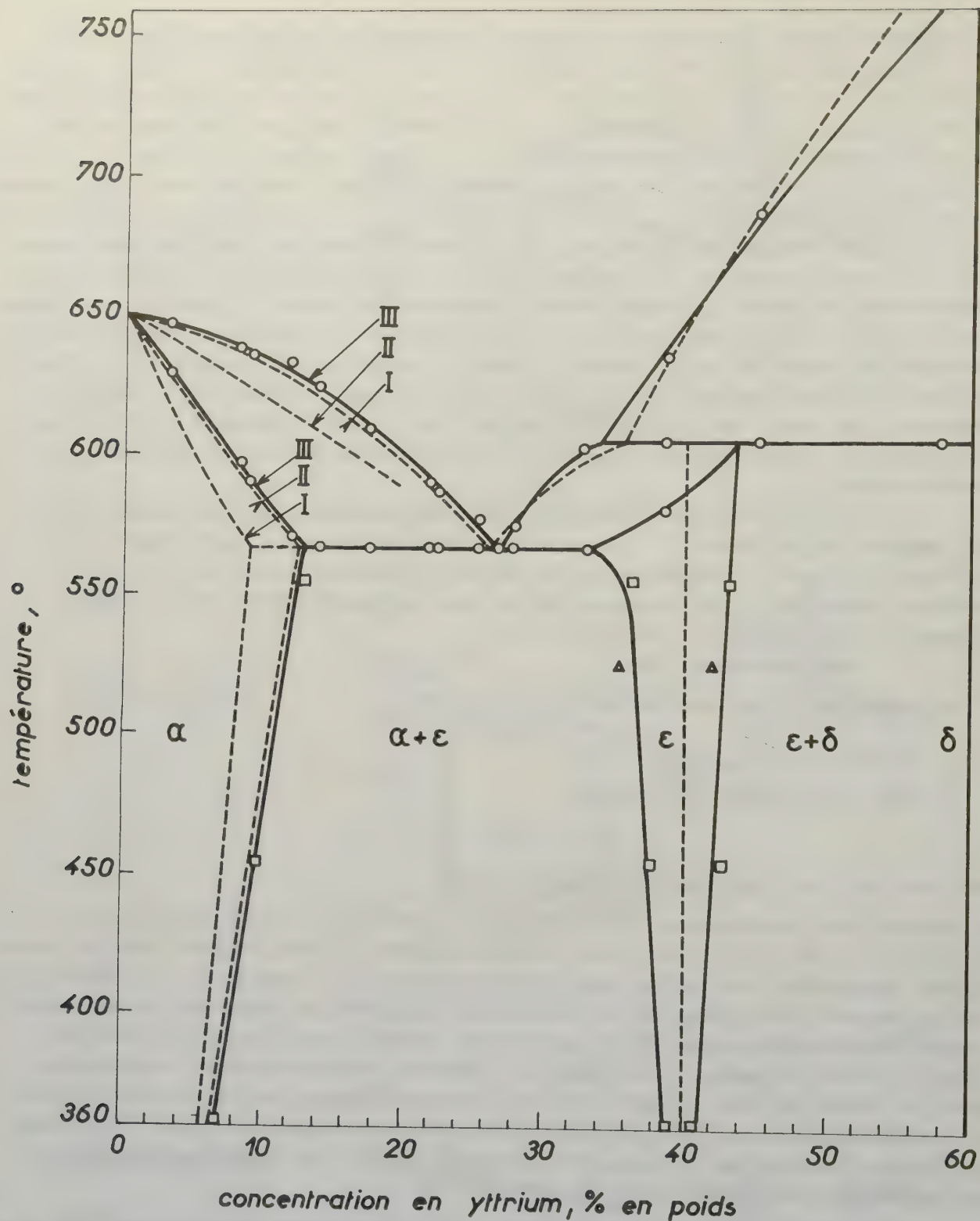


Fig.18.- Diagramme d'équilibre des alliages magnésium-ylttrium riches en magnésium :

I, d'après E.D. GIBSON et O.N. CARLSON (1960);
II, d'après D. MIZER et J.B. CLARK (1961);
III, d'après les auteurs $\left\{ \begin{array}{l} \square \text{ analyse thermique différentielle,} \\ \square \text{ diffusion à l'état solide ;} \end{array} \right.$
 Δ , d'après J.F. SMITH et coll. (1965).

$$Q_1 = \frac{V \cdot \Delta H_E}{x_1 - x_0} (x - x_0) \rho_x \dots\dots\dots (1)$$

et dans un alliage hyper-eutectique :

$$Q_2 = \frac{V \cdot \Delta H_E}{x_2 - x_1} (x_2 - x) \rho_x \dots\dots\dots (2)$$

où ρ_x est la masse volumique de l'alliage de concentration x et ΔH_E la variation d'enthalpie massique de réaction.

Nous nous proposons de déterminer par l'A.T.D. les quantités Q_1 et Q_2 . De nombreux auteurs [12, 13, 14] ont étudié théoriquement l'A.T.D. et montré que l'on peut considérer que la chaleur d'une réaction et l'aire du "crochet" correspondant sont proportionnelles sous réserves de conditions expérimentales reproductibles. Bien que l'A.T.D., à la suite de ces travaux [12, 13, 14], ne puisse pas être encore considérée comme une méthode quantitative, elle permet toutefois d'estimer avec une précision satisfaisante des quantités de chaleur.

Nous allons comparer, par l'intermédiaire des aires mesurées par nous sur les enregistrements, les chaleurs Q_1 ou Q_2 pour plusieurs alliages Mg-Y, et les chaleurs latentes de fusion données dans la littérature pour quelques métaux purs.

Dans ces deux groupes d'essais, le processus expérimental est maintenu aussi constant que possible : en particulier, le volume de matière ($0,3 \text{ cm}^3$) est choisi une fois pour toutes, et les vitesses de chauffage et de refroidissement prises égales à $300^\circ \cdot \text{h}^{-1}$.

Le premier groupe d'essais est effectué sur les alliages élaborés par nos soins.

Les tracés correspondant aux deux réactions :

solide eutectique $\rightleftharpoons$ liquide eutectique (à 567°)

solution solide $\alpha \rightleftharpoons$ liquide

se superposent au chauffage car, dans le cas de la fusion, les deux réactions démarrent simultanément. Par contre, ils sont nettement séparables au refroidissement.

Nous mesurons donc l'aire relative à chaque réaction au refroidissement, et l'aire totale correspondant aux deux réactions au chauffage ainsi qu'au refroidissement. Nous constatons que cette dernière excède légèrement l'aire obtenue au chauffage (de 5 à 10 %). Cet écart est peu important vis-à-vis des incertitudes expérimentales.

L'aire correspondant à la seule réaction eutectique au chauffage sera donc déterminée par différence (tableau VII).

TABLEAU VII - AIRE DU CROCHET DUE A LA REACTION EUTECTIQUE

Concentration en Yttrium, (%)	13,9	17,5	21,8	22,2	25,2	27,8	32,7
Chauffage	420	1530	3080	3080	4030	3780	190
Aire du crochet (°.s)							
Refroidissement	350	1690	3260	3260	4400	4180	200

Nous constatons que les variations de l'aire en fonction de la concentration suivent deux segments de droite (fig. 19) en accord avec les formules (1) et (2).

La bonne linéarité obtenue montre que la reproductibilité de nos conditions expérimentales est correctement réalisée et que l'hypothèse de la proportionnalité entre les aires et les quantités de chaleur Q_1 et Q_2 est valable.

La détermination de la chaleur de la réaction eutectique est obtenue en comparant l'aire maximale extrapolée à la composition x_1 (fig. 19), aux aires des crochets correspondant à la fusion de six métaux purs. Les résultats (tableau VIII) montrent que les aires des crochets sont sensiblement proportionnelles aux chaleurs latentes de fusion ramenées à l'unité de volume (fig. 20). Nous déduisons de cet étalonnage une estimation de la chaleur de la réaction eutectique :

$$\Delta H_E = 155 \pm 30 \text{ cal.g}^{-1}$$

la masse volumique de la phase ϵ étant prise égale à $2,3 \text{ g.cm}^{-3}$ [3]

TABLEAU VIII - ETALONNAGE DE L'APPAREIL D'A.T.D. PAR DES METAUX PURS						
Métal	Température de fusion		Aire (°. s)	Chaleur latente, (cal.cm ⁻³)		
	observée (°)	Références [16, 17] (°)		Référence [17]	Référence [15]	Référence [16]
In	157	156,17	740		49,3	49,7
Sn	232	231,9	1810		104	106
Pb	329	327,4	810		62,5	71
Zn	421	419,5	3070		174	172
Mg	650	650	1520	80,8	157	153
Al	660	660	3520		257	255

Nous pensons que l'imprécision de $\pm 15 \%$ sur la pente de la droite d'étalonnage ainsi obtenue ne résulte pas uniquement de l'incertitude de nos propres mesures d'aires, mais est également due à la dispersion sur les chaleurs latentes. En effet, parmi les données physiques publiées dans la littérature, les valeurs calorimétriques sont les plus dispersées. Tel est le cas en particulier pour l'enthalpie de fusion du magnésium.

Nous avons pu vérifier, en répétant la fusion du magnésium, à différentes vitesses de chauffage, que ce facteur expérimental est sans effet sur les aires (tableau IX). Il n'en est pas de même pour la hauteur du pic qui, nous le constatons, varie linéairement avec la vitesse de chauffage.

TABLEAU IX

Vitesse de chauffage (°.h ⁻¹)	40	42	125	180	300	360	400	580
Aire (°.s)	1600	1550	1470	1550	1520	1400	1500	1570

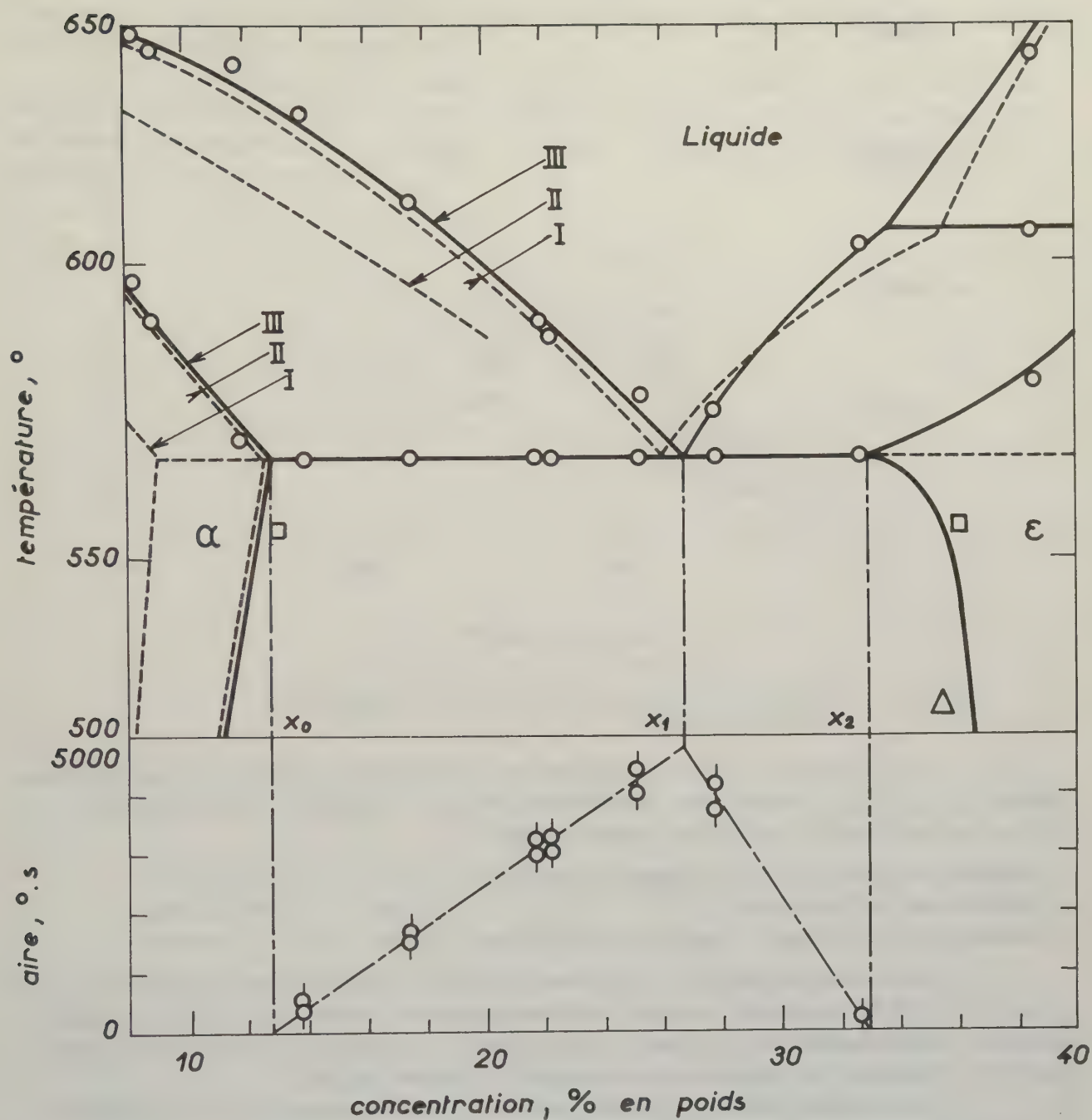


Fig.19.— Diagramme d'équilibre des alliages magnésium-yttrium riches en magnésium : détermination du palier eutectique :

- I, d'après E.D. GIBSON et O.N. CARLSON (1960) ;
 II, d'après D. MIZER et J.B. CLARK (1961) ;
 III, d'après les auteurs $\left\{ \begin{array}{l} \circ \text{ analyse thermique différentielle,} \\ \square \text{ diffusion à l'état solide ;} \end{array} \right.$
 Δ , d'après J.F. SMITH et coll. (1965) .

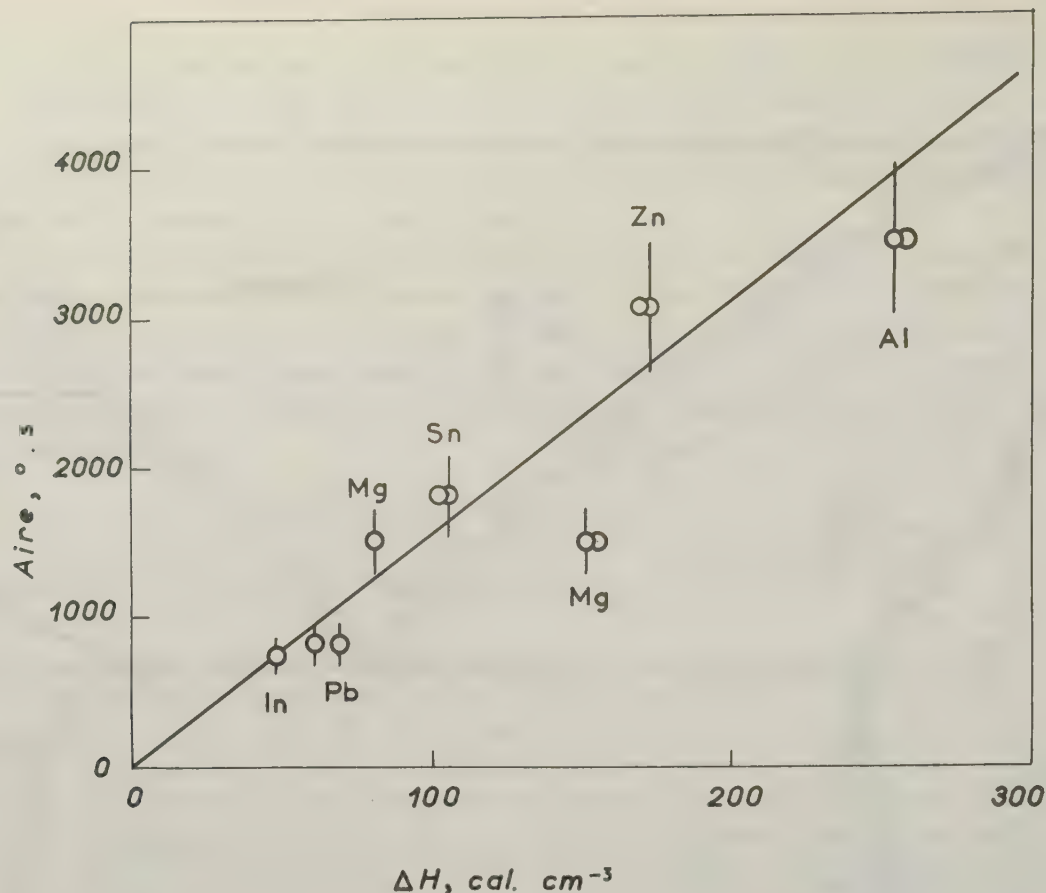


Fig. 20 - Courbe de correspondance entre l'aire du crochet et la chaleur dégagée.

Sur la figure 19, nous déterminons par extrapolation graphique les concentrations limites x_0 , x_1 et x_2 ; compte tenu des erreurs relatives estimées à 0,10 sur l'aire et à 0,06 sur la concentration en yttrium, nous trouvons :

- solubilité maximale de l'yttrium dans le magnésium : $x_0 = 12,8 \pm 0,6$ % en poids
- concentration de l'eutectique : $x_1 = 26,7 \pm 1,5$ % en poids
- concentration de la phase ϵ saturée en magnésium : $x_2 = 33 \pm 2$ % en poids.

Les micrographies (fig. 8) des deux alliages de concentrations voisines de x_0 et x_1 (13,9 et 32,7 %) mettent en évidence une faible proportion d'eutectique dans une matrice constituée respectivement par la phase α et la phase ϵ . A une concentration intermédiaire (22,2 %), la structure correspond à un eutectique dendritique (fig. 8).

Nos résultats décrits ci-dessus associés à ceux des essais d'A.T.D. effectués pour des concentrations en dehors du domaine eutectique (voir paragraphe IV - C), nous permettent de tracer les lignes du diagramme d'équilibre relatives à la région eutectique (fig. 19). Ces lignes forment avec les valeurs x_0 , x_1 et x_2 un ensemble cohérent. La concentration $x_0 = 12,8$ % concorde avec celle déterminée avec précision (12,6 %) par D. MIZER et J.B. CLARK [5]. Celle trouvée par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON [3] paraît trop faible (9 %). La concentration $x_1 = 26,7$ % de l'eutectique n'est que peu supérieure à celle trouvée par ces derniers auteurs.

Nous déterminons de façon directe, et pour la première fois à notre connaissance, la concentration x_2 de la phase intermétallique ϵ la plus riche en magnésium. Un domaine d'existence de cette phase a été suggéré par J.F. SMITH et D.M. BAILEY [6]

à la suite d'une unique détermination à 525° par la radiocristallographie. Les limites proposées par ces derniers et le point x_2 sont en bon accord avec les lignes délimitant le domaine d'existence de la phase ϵ que nous avons déterminées par ailleurs en utilisant une technique de diffusion à l'état solide (chapitre III).

En conclusion, l'A.T.D. utilisée de façon semi-quantitative, nous a permis de déterminer toutes les caractéristiques de la réaction eutectique, c'est-à-dire sa température, ses limites en composition, la concentration du liquide eutectique et une estimation de la chaleur de la réaction entectique.

TABLEAU X - TRAITEMENTS DE DIFFUSION		
Couple	Température (, °)	Durée (, h)
1	555	170
2	455	336
3	360	525
4	245	1272

rincées à l'alcool et à l'acétone. Elles sont maintenues accolées pendant le traitement de diffusion sous une pression de 1 kgf. mm^{-2} .

Après trempe à l'air, les couples sont sectionnés perpendiculairement au front de diffusion, puis polis métallographiquement. Ils sont ensuite observés micrographiquement, soumis à l'essai de dureté Vickers et étudiés au micro-analyseur à sonde électronique.

Parallèlement, nous analysons à la microsonde deux alliages dans un état d'équilibre thermodynamique à la température considérée : un alliage à 22 % en poids d'yttrium recuit 56 h. à 555° puis trempé à l'eau et un autre à 45 % en poids refroidi lentement jusqu'à la température ambiante. Les résultats obtenus sur ces deux alliages nous serviront de références pour faire la distinction entre les phases stables et métastables qui se forment au cours de la diffusion.

Seul l'yttrium est analysé, la raie $K\alpha$ du magnésium étant trop absorbée par l'yttrium. Les lectures faites directement à la microsonde sont soumises à trois corrections qui dépendent des caractéristiques de l'analyseur et des conditions d'utilisation : correction de bruit de fond et de temps mort, correction d'absorption et correction de numéro atomique (annexe I).

B - RESULTATS

a) Alliages de référence

L'alliage à 22 % en poids présente la structure classique d'un eutectique à deux phases (fig. 8, fig. 21). Les résultats de l'analyse donnent :

- solubilité limite de l'yttrium dans le magnésium à 555° : $C_\alpha = 13,2 \pm 0,5 \%$ en poids d'yttrium.
- composition de la phase ϵ saturée en magnésium à 555° : $C_{\epsilon_1} = 35,5 \pm 0,5 \%$ en poids d'yttrium.

L'alliage à 45 % en poids présente deux phases (fig. 9, fig. 21) :

- composition de la phase ϵ saturée en yttrium à 25° : $C_{\epsilon_2} = 39 \pm 0,5 \%$ en poids d'yttrium.
- composition de la phase δ : $C_\delta = 60 \pm 1 \%$ en poids d'yttrium.

Les deux constituants de composition C_{ϵ_1} et C_{ϵ_2} correspondent à la même phase ϵ , car nous leur trouvons, dans les deux alliages (chapitre II) la même structure cristalline (c.c.c.) et la même dureté ($H_V = 300$). Ce résultat est en accord avec le domaine d'existence suggéré antérieurement par J.F. SMITH et D.M. BAILEY [6].

La composition de la phase désignée par δ est identique à celle proposée par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON [3] (59,4 %) et correspond à la formule stoechiométrique

Y_2Mg_5 .

La solubilité limite de l'yttrium à 555° ($C_\alpha = 13,2 \pm 0,5 \%$) est compatible avec la solubilité maximale à 567° que nous avons déterminée par A.T.D. [18] : $12,8 \pm 0,6 \%$.

b) Couples de diffusion

L'examen micrographique des couples met en évidence, dans la région d'inter-diffusion, des plages bien définies (fig. 22). Celles-ci sont au nombre de deux pour les couples traités à 555° et 455° , et au nombre de trois pour celui traité à 360° . Le traitement à 245° ne permet pas l'observation de telles plages. Lorsqu'elles existent, elles sont fissurées par suite de la faible capacité de déformation des phases intermétalliques qui les constituent et des différences entre leurs coefficients de dilatation.

Les résultats de l'analyse (fig. 23 et 24) montrent tout d'abord que la composition est sensiblement constante dans chacune des zones. A l'extérieur de celles-ci, du côté du magnésium, existe une région dont la concentration en yttrium décroît progressivement pour finalement s'annuler. Elle correspond à la solubilité de l'yttrium dans le magnésium. Par contre, du côté de l'yttrium, nous ne pouvons pas déceler le magnésium, ce qui montre que la solubilité de cet élément dans l'yttrium est très faible ($< 0,5 \%$). La limite de cette région est prise pour origine des distances.

α) Phases intermétalliques formées

Sur les figures 23 et 24 on note qu'à l'intérieur de la phase ϵ , adjacente à la solution solide d'yttrium dans le magnésium, la composition varie, ce que nous attribuons à un domaine d'existence sur le diagramme d'équilibre. Les valeurs extrêmes de ces compositions, indiquées sur la figure 18, montrent que le domaine d'existence, centré sur $39,5 \%$, est peu étendu à la température ambiante, et s'élargit à plus haute température. La ligne correspondante, représentant ϵ saturé en magnésium passe par le point représentatif de la phase présente dans l'alliage à 22% et peut être prolongée jusqu'à la valeur 33% à 567° , déterminée par A.T.D. [18]. La ligne représentant ϵ saturée en yttrium peut également être prolongée vers le point $43,5 \%$ à 605° , composition présumée de la phase ϵ dans la réaction péritectique. Les deux limites déterminées à la seule température de 525° par J.F. SMITH et al. [6] en radiocristallographie sont en bon accord avec notre tracé. Ainsi, la composition moyenne à l'ambiante peut correspondre à la formule Y_3Mg_{17} ($39, \%$) proposée par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON [3]. Par contre, il ne nous semble pas utile, bien que possible, de décrire les compositions extrêmes de saturation par des formules stoechiométriques, comme l'ont fait J.F. SMITH et al. [6].

La deuxième phase commune aux couples 1, 2 et 3 a une composition égale à 60% . Son domaine d'existence est très faible (inférieur à 1%). Egaleme nt observée dans l'alliage à 45% , elle est identifiée avec le composé Y_2Mg_{25} ($59,4 \%$) déterminé par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON [3].

Dans les couples 2 et 3, la zone δ comporte du côté de l'yttrium une région de largeur très faible, non décelée à l'examen micrographique et par image électronique, plus riche en magnésium (concentration moyenne de 65%). Cet enrichissement ne peut être observé dans le couple traité à plus haute température en raison de sa fragilité. La composition est représentée par la formule $Y Mg_2$ ($64,7 \%$) avancée par J.F. SMITH et al.

A 360° , nous observons la présence d'une autre phase qui se situe entre δ et ϵ , et ayant une concentration de 48% . Un domaine de composition variable entre la phase à 48% et celle à 39% semble indiquer que la phase à 48% n'est pas une forme d'équilibre, puisque la règle des phases exclut à l'équilibre la présence simultanée de deux phases dans une région

TABLEAU X - TRAITEMENTS DE DIFFUSION		
Couple	Température (, °)	Durée (, h)
1	555	170
2	455	336
3	360	525
4	245	1272

rincées à l'alcool et à l'acétone. Elles sont maintenues accolées pendant le traitement de diffusion sous une pression de 1 kgf. mm^{-2} .

Après trempe à l'air, les couples sont sectionnés perpendiculairement au front de diffusion, puis polis métallographiquement. Ils sont ensuite observés micrographiquement, soumis à l'essai de dureté Vickers et étudiés au micro-analyseur à sonde électronique.

Parallèlement, nous analysons à la microsonde deux alliages dans un état d'équilibre thermodynamique à la température considérée : un alliage à 22 % en poids d'yttrium recuit 56 h. à 555° puis trempé à l'eau et un autre à 45 % en poids refroidi lentement jusqu'à la température ambiante. Les résultats obtenus sur ces deux alliages nous serviront de références pour faire la distinction entre les phases stables et métastables qui se forment au cours de la diffusion.

Seul l'yttrium est analysé, la raie α du magnésium étant trop absorbée par l'yttrium. Les lectures faites directement à la microsonde sont soumises à trois corrections qui dépendent des caractéristiques de l'analyseur et des conditions d'utilisation : correction de bruit de fond et de temps mort, correction d'absorption et correction de numéro atomique (annexe I).

B - RESULTATS

a) Alliages de référence

L'alliage à 22 % en poids présente la structure classique d'un eutectique à deux phases (fig. 8, fig. 21). Les résultats de l'analyse donnent :

- solubilité limite de l'yttrium dans le magnésium à 555° : $C_\alpha = 13,2 \pm 0,5$ % en poids d'yttrium.
- composition de la phase ϵ saturée en magnésium à 555° : $C_{\epsilon_1} = 35,5 \pm 0,5$ % en poids d'yttrium.

L'alliage à 45 % en poids présente deux phases (fig. 9, fig. 21) :

- composition de la phase ϵ saturée en yttrium à 25° : $C_{\epsilon_2} = 39 \pm 0,5$ % en poids d'yttrium.
- composition de la phase δ : $C_\delta = 60 \pm 1$ % en poids d'yttrium.

Les deux constituants de composition C_{ϵ_1} et C_{ϵ_2} correspondent à la même phase ϵ , car nous leur trouvons, dans les deux alliages (chapitre II) la même structure cristalline (c.c.c.) et la même dureté ($H_V = 300$). Ce résultat est en accord avec le domaine d'existence suggéré antérieurement par J.F. SMITH et D.M. BAILEY [6].

La composition de la phase désignée par δ est identique à celle proposée par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON [3] (59,4 %) et correspond à la formule stoechiométrique

Y_2Mg_5 .

La solubilité limite de l'yttrium à 555° ($C_\alpha = 13,2 \pm 0,5 \%$) est compatible avec la solubilité maximale à 567° que nous avons déterminée par A.T.D. [18] : $12,8 \pm 0,6 \%$.

b) Couples de diffusion

L'examen micrographique des couples met en évidence, dans la région d'interdiffusion, des plages bien définies (fig. 22). Celles-ci sont au nombre de deux pour les couples traités à 555° et 455° , et au nombre de trois pour celui traité à 360° . Le traitement à 245° ne permet pas l'observation de telles plages. Lorsqu'elles existent, elles sont fissurées par suite de la faible capacité de déformation des phases intermétalliques qui les constituent et des différences entre leurs coefficients de dilatation.

Les résultats de l'analyse (fig. 23 et 24) montrent tout d'abord que la composition est sensiblement constante dans chacune des zones. A l'extérieur de celles-ci, du côté du magnésium, existe une région dont la concentration en yttrium décroît progressivement pour finalement s'annuler. Elle correspond à la solubilité de l'yttrium dans le magnésium. Par contre, du côté de l'yttrium, nous ne pouvons pas déceler le magnésium, ce qui montre que la solubilité de cet élément dans l'yttrium est très faible ($< 0,5 \%$). La limite de cette région est prise pour origine des distances.

a) Phases intermétalliques formées

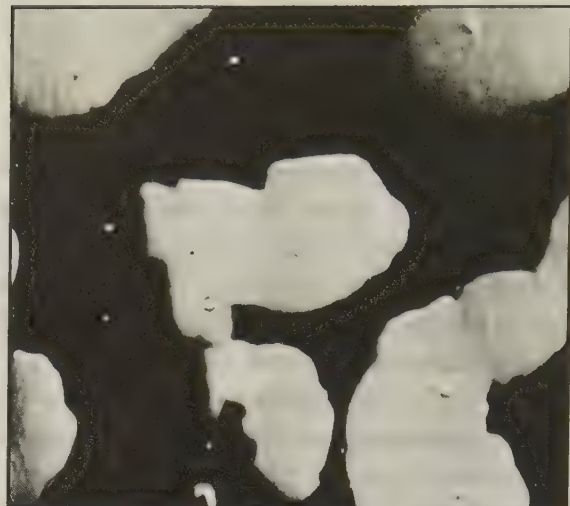
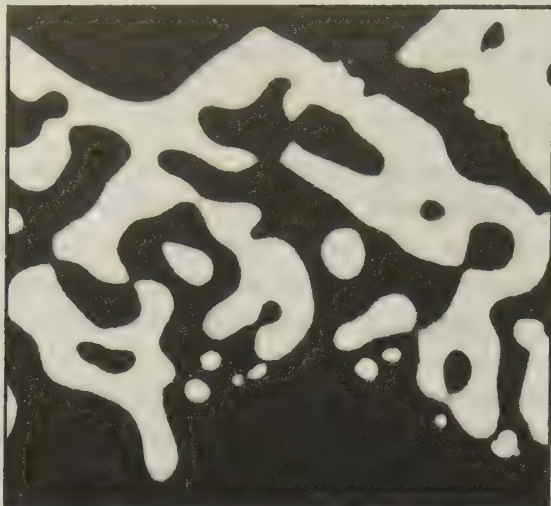
Sur les figures 23 et 24 on note qu'à l'intérieur de la phase ϵ , adjacente à la solution solide d'yttrium dans le magnésium, la composition varie, ce que nous attribuons à un domaine d'existence sur le diagramme d'équilibre. Les valeurs extrêmes de ces compositions, indiquées sur la figure 18, montrent que le domaine d'existence, centré sur $39,5 \%$, est peu étendu à la température ambiante, et s'élargit à plus haute température. La ligne correspondante, représentant ϵ saturé en magnésium passe par le point représentatif de la phase présente dans l'alliage à 22% et peut être prolongée jusqu'à la valeur 33% à 567° , déterminée par A.T.D. [18]. La ligne représentant ϵ saturée en yttrium peut également être prolongée vers le point $43,5 \%$ à 605° , composition présumée de la phase ϵ dans la réaction péritectique. Les deux limites déterminées à la seule température de 525° par J.F. SMITH et al. [6] en radiocristallographie sont en bon accord avec notre tracé. Ainsi, la composition moyenne à l'ambiante peut correspondre à la formule Y_3Mg_{17} ($39, \%$) proposée par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON [3]. Par contre, il ne nous semble pas utile, bien que possible, de décrire les compositions extrêmes de saturation par des formules stoechiométriques, comme l'ont fait J.F. SMITH et al. [6].

La deuxième phase commune aux couples 1, 2 et 3 a une composition égale à 60% . Son domaine d'existence est très faible (inférieur à 1%). Egalement observée dans l'alliage à 45% , elle est identifiée avec le composé Y_2Mg_{25} ($59,4 \%$) déterminé par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON [3].

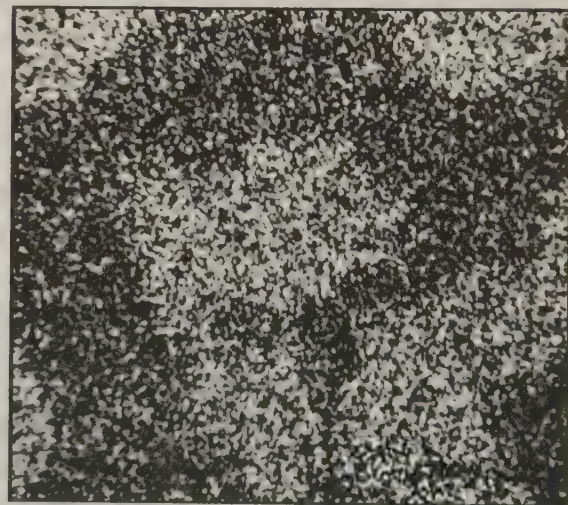
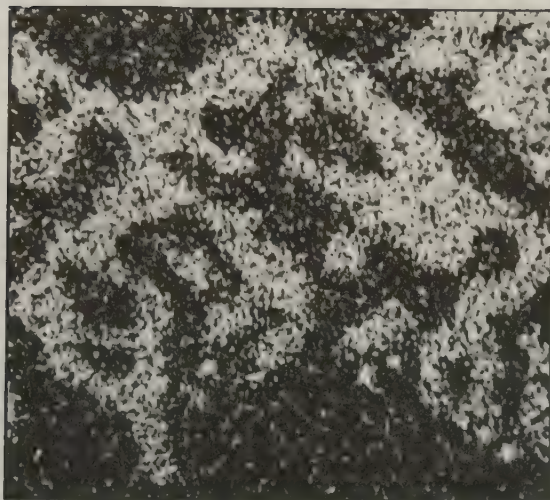
Dans les couples 2 et 3, la zone δ comporte du côté de l'yttrium une région de largeur très faible, non décelée à l'examen micrographique et par image électronique, plus riche en magnésium (concentration moyenne de 65%). Cet enrichissement ne peut être observé dans le couple traité à plus haute température en raison de sa fragilité. La composition est représentée par la formule YMg_2 ($64,7 \%$) avancée par J.F. SMITH et al.

A 360° , nous observons la présence d'une autre phase qui se situe entre δ et ϵ , et ayant une concentration de 48% . Un domaine de composition variable entre la phase à 48% et celle à 39% semble indiquer que la phase à 48% n'est pas une forme d'équilibre, puisque la règle des phases exclut à l'équilibre la présence simultanée de deux phases dans une région

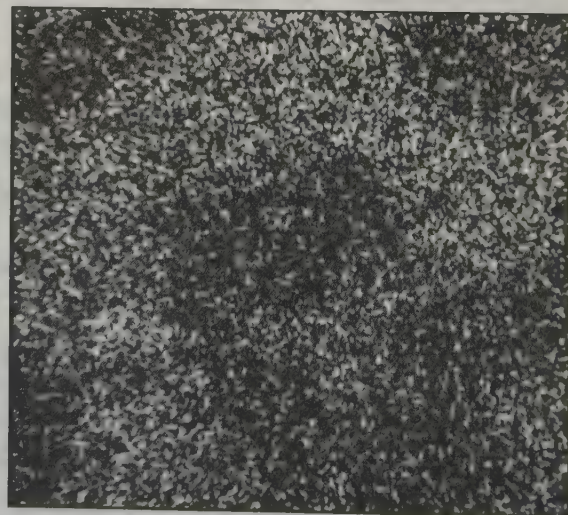
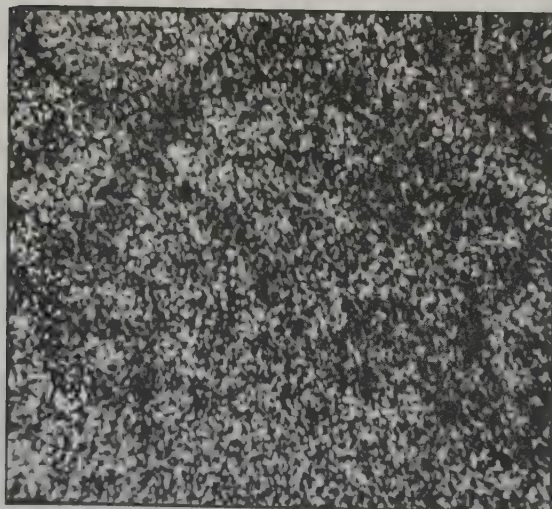
Image électronique .



$YL\alpha$



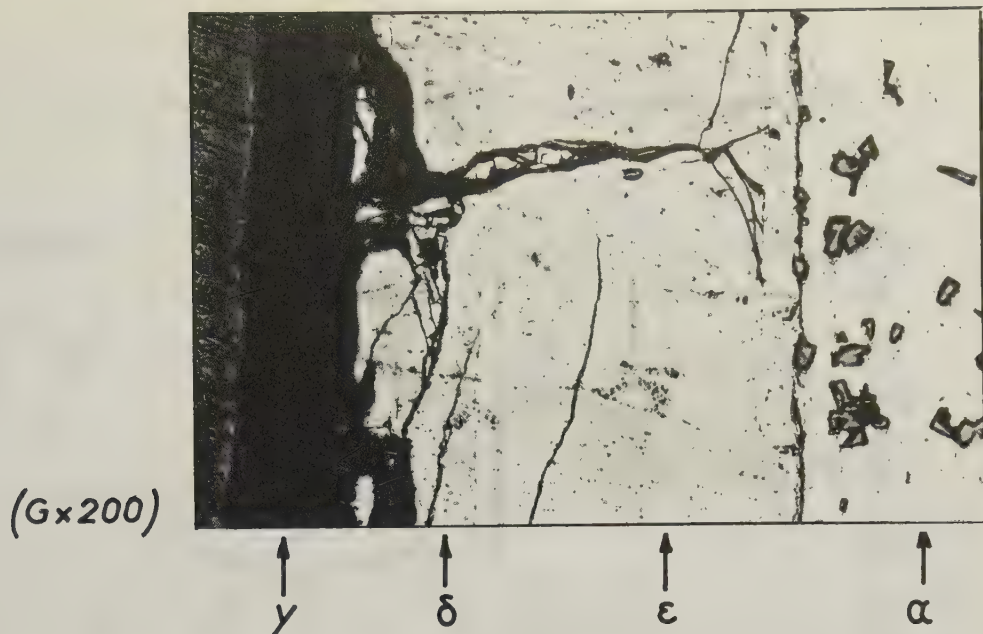
$MgK\alpha$



Alliage à 22% en poids (G 400) Alliage à 45% en poids (G 200)

Fig. 21.— Structure des alliages de référence .

Couple n° 1 :



Couple n°3 :

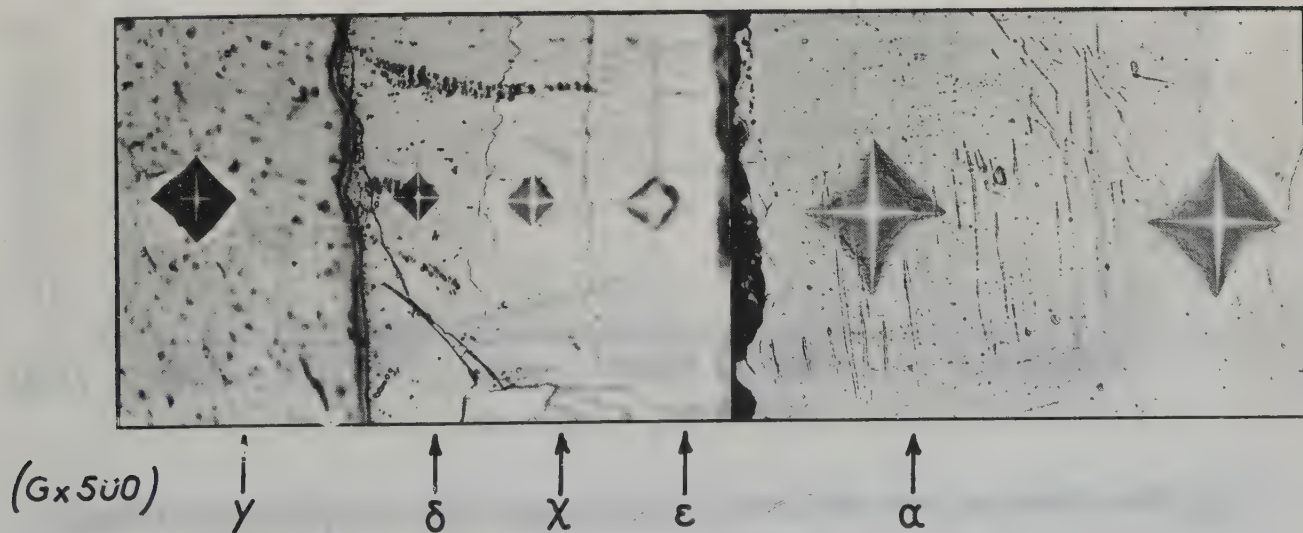
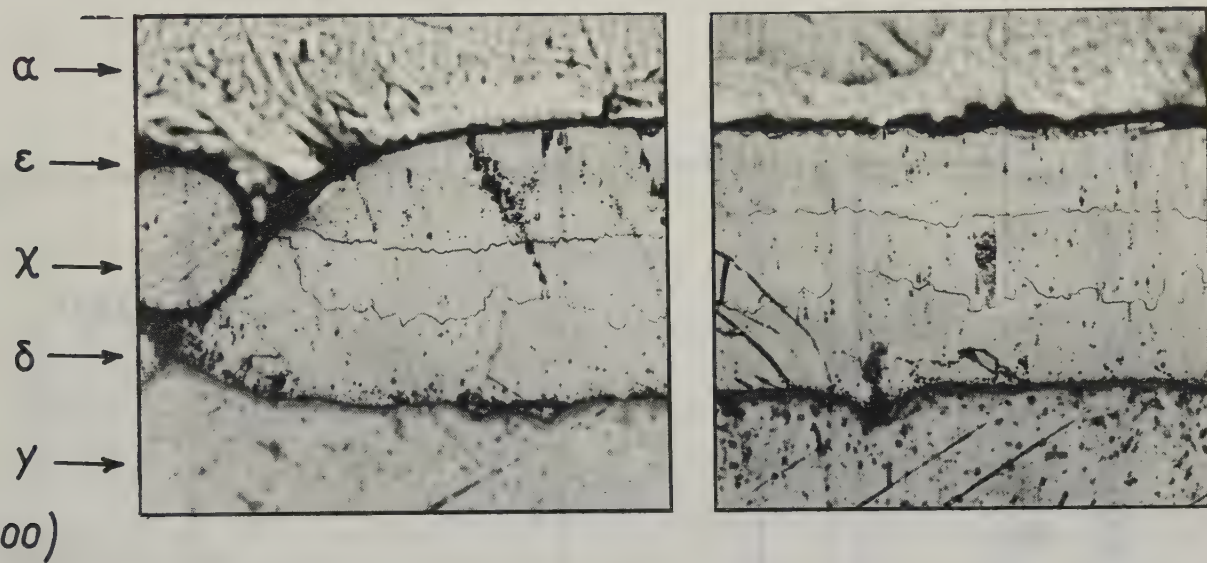


Fig. 22 - Micrographies de couples de diffusion.

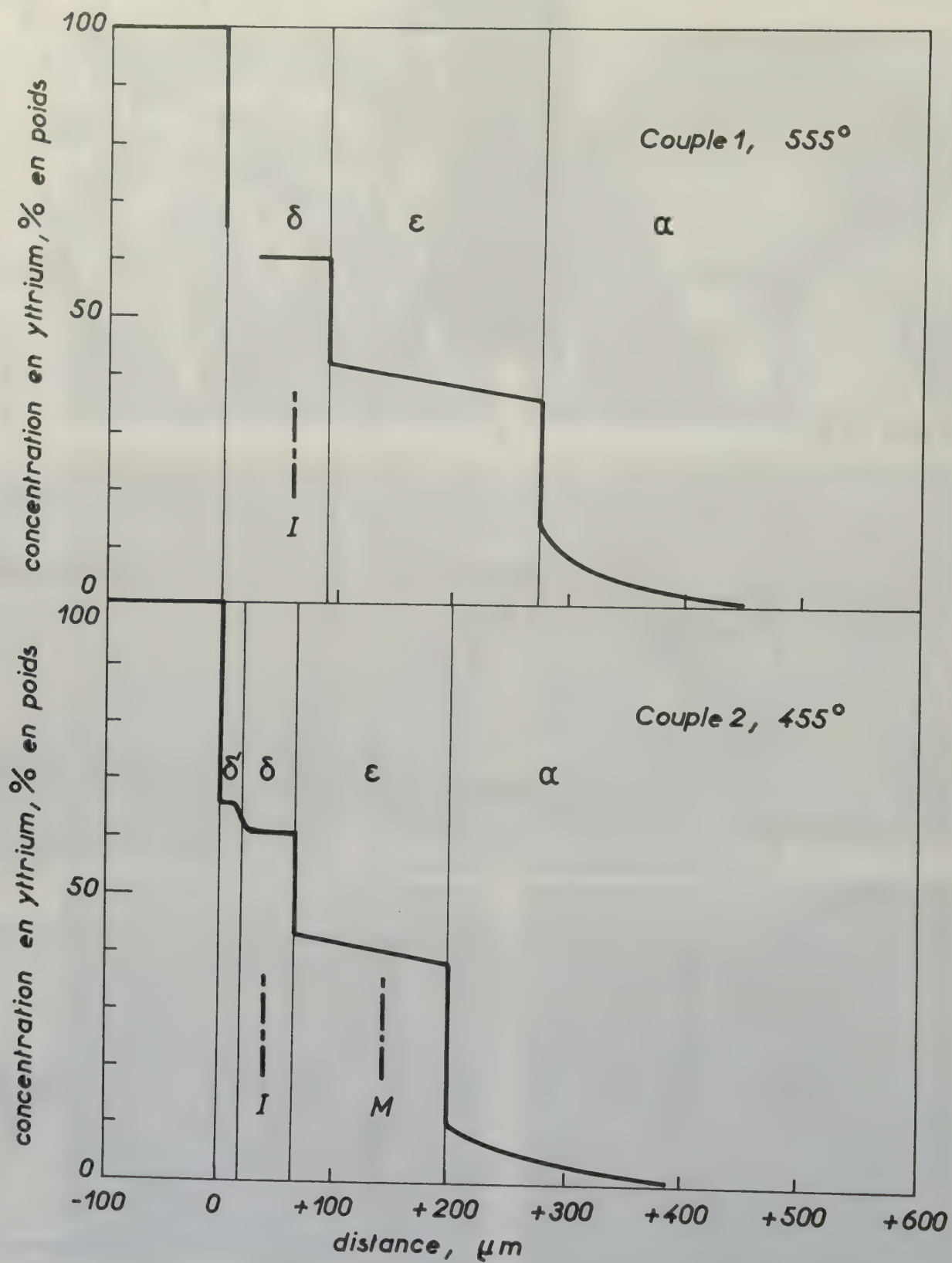


Fig. 23.- Courbes de diffusion magnésium-yttrium (*I* = interface de Matano ; *M* = plan des marqueurs)

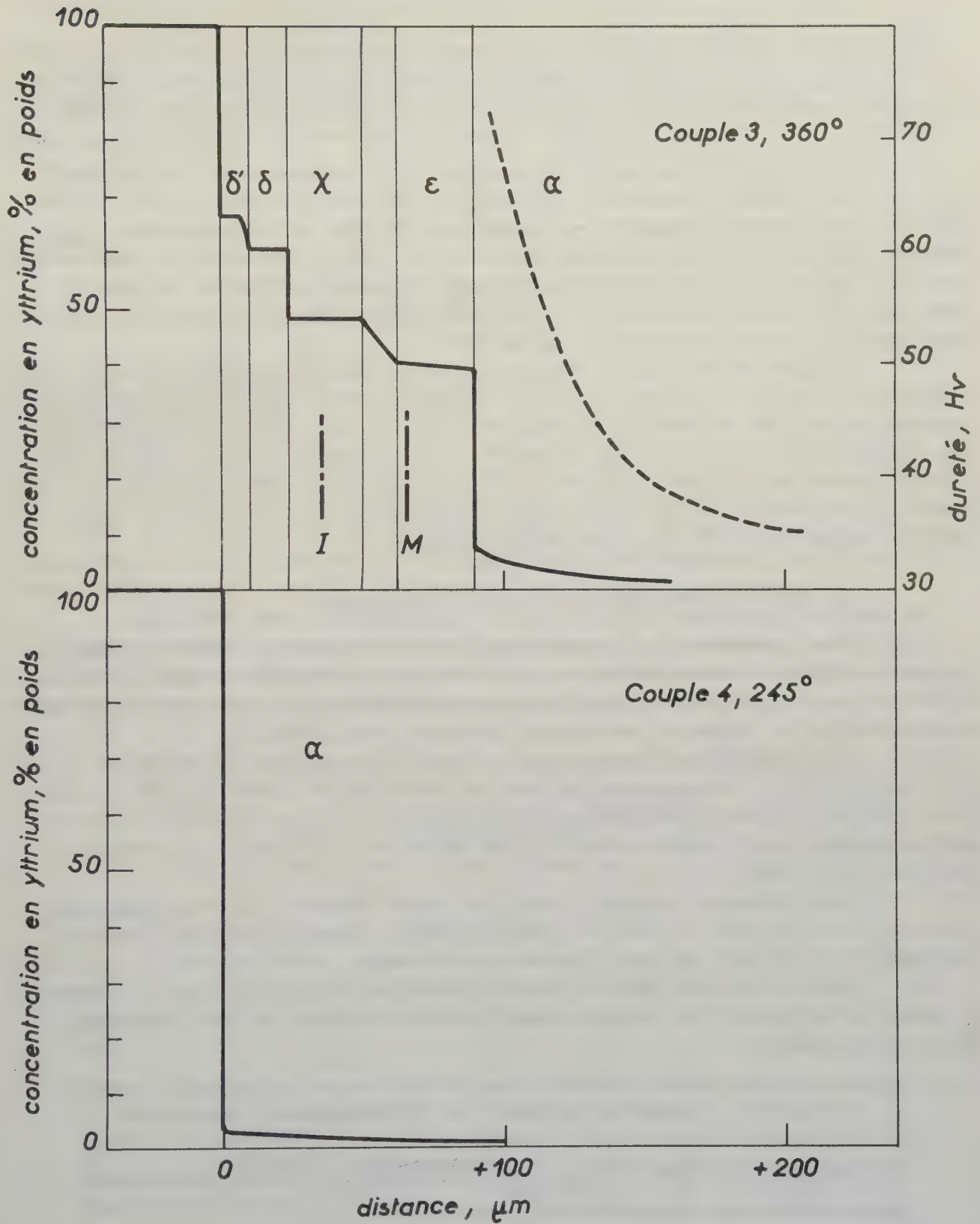


Fig.24.- Courbes de diffusion magnésium- yttrium (*I*= interface de Matano ; *M*= plan des marqueurs)

du couple.

Ainsi, l'étude des phases intermétalliques formées au cours de la diffusion dans le système binaire magnésium-yttrium nous permet de retrouver deux phases d'équilibre :

- la phase ϵ , de concentration moyenne 39,5 %, antérieurement identifiée comme le composé défini Y_3Mg_{17} , mais qui, en fait, présente un domaine d'existence que nous déterminons,
- la phase δ , de concentration 60 % correspondant à la formule Y_2Mg_5 . Nous confirmons que c'est, dans la limite de la précision de nos déterminations, un composé défini.

Le composé Y Mg, qui a été signalé par tous les auteurs, ne s'est pas formé au cours de la diffusion. Son absence s'explique par un coefficient de diffusion mutuel très faible dans cette phase aux températures considérées. En effet, on sait que plus la température de fusion d'un composé intermétallique est élevée, plus la diffusion à une température donnée est difficile [19] : on observe de préférence des phases métastables, de point de fusion plus bas, à partir desquelles se formeront les phases stables. Ce mécanisme entraîne entre autres la présence de domaines biphasés [20].

En plus des deux phases d'équilibre, nous en observons effectivement deux autres, hors de l'équilibre thermodynamique : une de concentration 48 %, non identifiée (que nous désignons par χ), qui se forme à basse température et une autre à 65 % de formule $Y Mg_2$ (que nous désignons par δ') que J.F. SMITH et al. ont considérée comme la phase δ . Il semble cependant que ces deux composés sont respectivement les formes métastables des deux phases d'équilibre δ et γ (Y Mg). Cette dernière phase Y Mg n'est d'ailleurs pas observée pour les températures et les temps de diffusion considérés.

β) Solubilité limite de l'yttrium dans le magnésium.

Nous considérons les concentrations maximales mesurées à partir des couples, dans le domaine de la solution solide près de l'interface solution solide α - phase ϵ , comme la solubilité maximale de l'yttrium dans la phase α en équilibre, car nous mesurons la même concentration pour la solution α saturée dans l'alliage à 22 % (tableau XI).

Ces concentrations correspondent aux valeurs trouvées par D. MIZER et J.B. CLARK [5], à l'exception de celle que nous avons obtenue à 245°. En effet, on peut penser que pour la durée de diffusion considérée, la phase ϵ ne s'est pas encore formée et que son équilibre avec la solution solide α n'est pas réalisé. La valeur de la solubilité est ainsi obtenue par défaut.

Nous comparons la dureté Vickers des phases observées dans les alliages de référence et dans le couple traité à 360° : l'yttrium a pour dureté H_V (sous 20 g) = 130, et les phases δ , $H_V = 380$; χ , $H_V = 340$ et ϵ , $H_V = 300$.

Nous déterminons également dans la solution solide α la variation de la dureté en fonction de la distance : la correspondance dureté-concentration peut être utilisée pour étudier d'autres couples.

TABLEAU XI - LIMITES DE SOLUBILITE DE L'YTTRIUM DANS LE MAGNESIUM		
Température (,°)	Limite de solubilité (, % en poids)	
	sur les couples	sur l'alliage à 22 %
555	13	13,2
455	9,5	
360	6,7	
245	(2,7)	

C - MESURE DU COEFFICIENT DE DIFFUSION CHIMIQUE

A partir des courbes de pénétration, nous pouvons en déduire, par la méthode de MATANO [19], la diffusivité dans le domaine de la solution solide α . Cette méthode est la seule applicable lorsqu'il existe des discontinuités et lorsque la diffusivité, comme nous le supposons, est fonction de la concentration. On utilise la solution de BOLTZMANN de la 2ème équation de FICK :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \bar{D} \frac{\partial c}{\partial x}$$

qui se transforme en :

$$\bar{D} = - \frac{1}{2t} \left(\frac{\partial x}{\partial c} \right)_{c_y} \int_{c_0}^{c_y} x dc$$

où t est la durée de diffusion, c_y la concentration atomique à une distance x de l'interface de MATANO (interface pour lequel les flux totaux des deux formes sont égaux) et c_0 la composition loin de l'interface. Les valeurs des coefficients de diffusion ainsi calculées (tableau XII) sont en nombre insuffisant pour pouvoir en déduire une chaleur d'activation. Nous la déterminerons avec précision par une autre méthode. Remarquons tout de suite que les faibles valeurs de la diffusivité trouvées pour le couple à 555° s'expliquent par la présence de ségrégations riches en yttrium dans le domaine α , qui se répartissent parallèlement au front de diffusion.

En outre, dans les couples traités à 455° et 360°, nous avons placé entre les deux éléments des fils de tungstène servant de marqueurs. Si l'on considère que l'interface de MATANO se situe à la position initiale de l'interface, le déplacement de ceux-ci vers le magnésium montre que cet élément diffuse plus rapidement que l'yttrium.

TABLEAU XII - VALEUR DU COEFFICIENT DE DIFFUSION DE L'YTTRIUM
DANS LA SOLUTION SOLIDE α

Concentration en yttrium (, % en poids) (, % en atome)		1	2	3	4	5	6
		0,25	0,50	0,75	1,05	1,35	1,65
555°	, 10^{-9}	0,65	0,30	0,20	0,20	0,21	0,21
455°	, 10^{-10}	1,1	0,85	0,8	0,7	0,6	0,49
360°	, 10^{-11}	0,9	0,8	0,7	0,6	0,5	0,3

II - DETERMINATION DE LA DIFFUSIVITE POUR LES FAIBLES CONCENTRATIONS EN YTTRIUM

La validité de la précédente méthode de mesure du coefficient de diffusion chimique d'un métal dans un autre est limitée par la variation du coefficient avec la concentration et par la présence de phases métastables.

Pour déterminer avec précision ce coefficient, l'analyse doit s'effectuer sur un couple constitué par deux alliages de compositions voisines et situés dans un domaine mono-

phasé du diagramme d'équilibre. C'est ce que nous effectuons avec du magnésium pur d'une part et un alliage à 4,8 % en poids d'yttrium d'autre part se présentant comme une solution solide aux températures envisagées.

Une série de couples est réalisée en soudant deux pastilles, ayant les compositions ci-dessus, par un recuit d'une heure à 300° sous une pression mécanique extérieure de 3,75 kgf.mm⁻². Les couples sont placés dans une chemise de tantale introduite dans des ampoules de verre "Vycor", que l'on scelle sous une pression partielle d'argon. Puis ces ampoules sont portées à diverses températures pendant des durées différentes. Elles sont ensuite rompues sous eau pour obtenir l'effet de trempe cherché sur l'échantillon.

L'analyse est faite à la microsonde par comparaison directe avec trois alliages témoins.

Le coefficient de diffusion est alors calculé par la méthode de GRUBE [19] qui suppose une variation nulle ou très faible de $\bar{D}$ avec la concentration. La seconde équation de FICK :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \bar{D} \frac{\partial^2 c}{\partial x^2}$$

a alors pour solution :

$$c(x, t) = \frac{c_0}{2} \left[1 - \operatorname{erf} \frac{x}{2 \sqrt{\bar{D} t}} \right]$$

solution valable pour un milieu infini.

Les traitements de diffusion effectués et les valeurs des diffusivités calculées sont indiqués dans le tableau XIII.

Les coefficients de diffusion $\bar{D}$ déterminés sont en bon accord avec la loi classique (fig. 25) :

$$D = D_0 \exp \left(- \frac{E}{k T} \right)$$

Nous en déduisons l'énergie d'activation E et le facteur de fréquence D_0 :

TABLEAU XIII - DIFFUSIVITE DE L'YTTRIUM DANS LE MAGNESIUM POUR LES FAIBLES CONCENTRATIONS		
Température du recuit de diffusion T (,°)	Durée, t (h)	Diffusivité, D (cm ² .s ⁻¹)
550	96	0,9 10 ⁻⁹
	192	0,8 10 ⁻⁹
500	96	0,3 10 ⁻⁹
	192	0,3 10 ⁻⁹
450	192	0,6 10 ⁻¹⁰
	384	0,9 10 ⁻¹⁰

$$E = 1,14 \pm 0,1 \text{ eV}$$

$$D_0 = 1,3 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

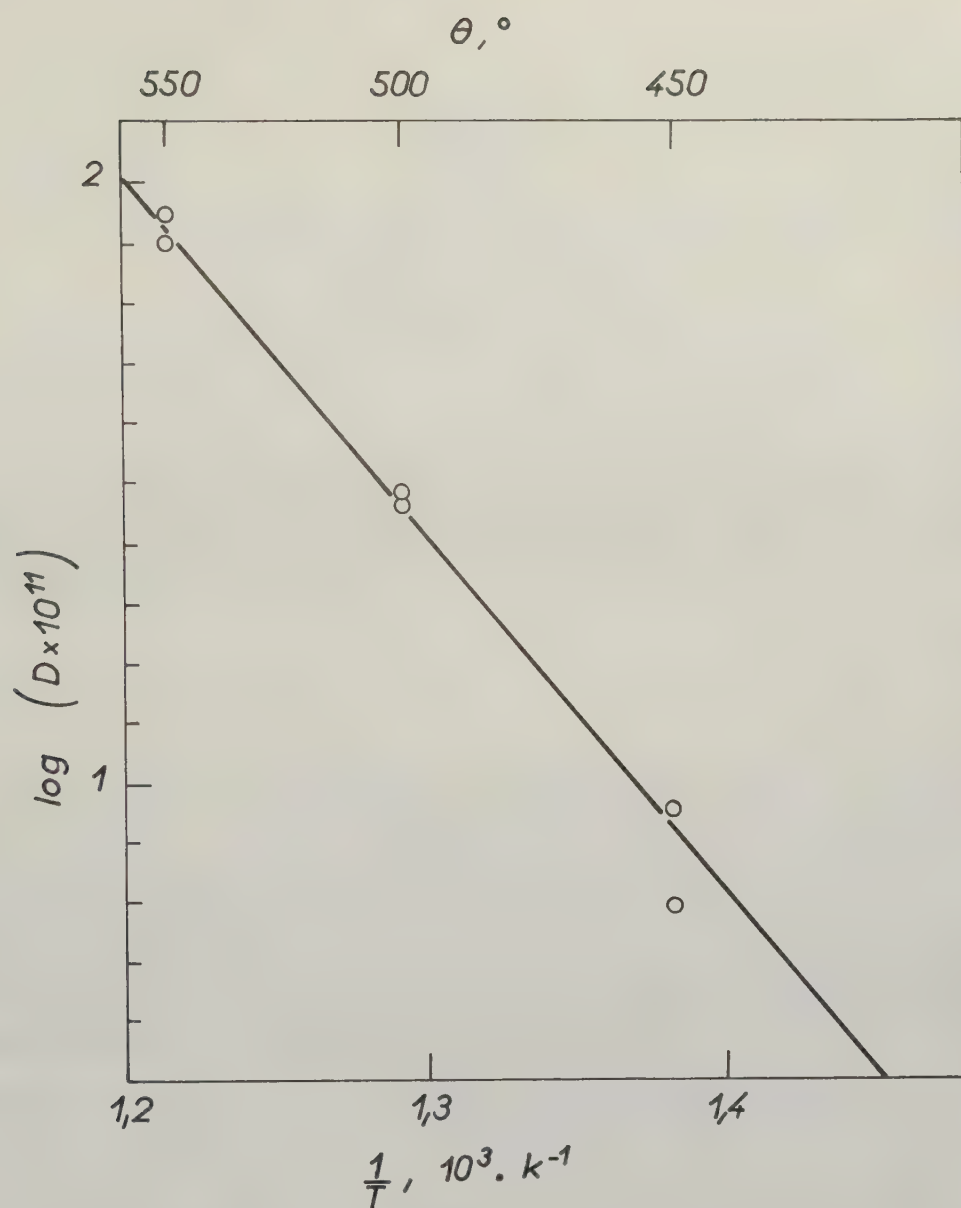


Fig. 25 - Variation du coefficient de diffusion en fonction de la température.

En conclusion, l'étude de la diffusion à l'état solide nous a permis de préciser le domaine de solubilité de l'yttrium dans le magnésium, de délimiter le domaine d'existence de la phase ϵ , de confirmer l'existence et la composition de la phase δ et de déterminer les coefficients de diffusion pour les faibles concentrations en yttrium.

CHAPITRE IV

LA CONDUCTIVITE ELECTRIQUE D'ALLIAGES
MAGNESIUM-YTTRIUM
AUX FAIBLES CONCENTRATIONS EN YTTRIUM

Les travaux décrits précédemment nous apportent un certain nombre de renseignements sur les structures cristallines et les propriétés chimiques d'alliages de magnésium et d'yttrium. Pour caractériser leur aspect électronique, nous étudions leur résistivité pour les faibles concentrations en yttrium.

I - MATERIAUX ET METHODE

La composition des alliages étudiés est donnée dans le tableau II. Les éprouvettes ont subi deux traitements thermiques différents. Le premier correspond à une mise en solution de l'yttrium et à une recristallisation et le deuxième à une précipitation de la phase ϵ suivant la notation de E.D. GIBSON et O.N. CARLSON [3].

Les traitements sont effectués sous atmosphère de gaz carbonique ($3 \cdot 10^{-6} \text{O}_2$, $11 \cdot 10^{-6} \text{N}_2$) : le gaz carbonique forme à la surface du magnésium [28] un oxyde complexe ($\text{CO}_3^- \text{Mg}^+$) qui empêche toute oxydation ultérieure du magnésium. Ce film d'oxyde était enlevé par décapage mécanique et chimique après les traitements.

- Traitement I - Recuit de 48 h. à 555° , suivi d'une trempe à l'huile.
- Traitement II - Recuit de 48 h. à 555° , suivi d'un refroidissement lent ($15^\circ \cdot \text{h}^{-1}$) jusqu'à l'ambiante.

Nous avons utilisé comme matériaux de référence deux échantillons de magnésium correspondant à deux puretés différentes : un magnésium de pureté nucléaire Mg I ayant subi les deux traitements thermiques précédents et un magnésium JOHNSON-MATTHEY, à l'état brut Mg II (tableau II).

Les résistivités sont déterminées à la température ambiante par la méthode potentiométrique. Nous mesurons la chute de tension entre deux points à l'aide d'un préamplificateur de tension continue et d'un potentiomètre enregistreur, lorsque l'échantillon est traversé par un courant d'intensité 1 A. Les éprouvettes, de dimensions $25 \times 6 \times 6$ mm, sont usinées dans des barreaux filés. Les prises de potentiel sont matérialisées par 2 lames de couteau distantes de 20 mm sur lesquelles est appliqué l'échantillon. La précision de la méthode est de l'ordre de $\pm 1,5 \%$.

II - RESULTATS ET DISCUSSION

A - RESULTATS

Les résultats des mesures sont donnés dans le tableau XIV.

TABLEAU XIV - RESISTIVITE A 295 K DES ALLIAGES MAGNESIUM-YTTRIUM				
Echantillon	Teneur en poids, %	Teneur A en at. %	Résistivité $\mu \Omega \cdot \text{cm}$	
			Trait. I	Trait. II
Mg II	0	0	4,3 ₅	
Mg I	0	0	4,5 ₂	4,5 ₀
I	0,07	0,019	4,5 ₁	4,4 ₆
II	0,32	0,088	5,0 ₀	4,7 ₄
III	1,55	0,43	7,1 ₂	6,8 ₉
IV	3,1	0,87	9,7 ₀	9,5 ₁
V	5	1,42	13,2	11,1
VI	8,2	2,38	18,6	15,8

La variation de la résistivité ρ en fonction de la teneur en yttrium A% est représentée sur la figure 26.

B - DISCUSSION

Pour les alliages ayant subi le traitement I, nous constatons que l'augmentation $\Delta \rho$ de leur résistivité par rapport au magnésium pur :

$$\Delta \rho = \rho_{\text{alliage}} - \rho_{\text{magnésium}}$$

est proportionnelle au pourcentage atomique aux faibles concentrations. Nous en déduisons la valeur du coefficient $\gamma = \frac{\Delta \rho}{A}$ à la température ambiante (295 K), où A représente la teneur en atome % de soluté :

$$\gamma = \frac{\Delta \rho}{A} = 6,25 \pm 0,60 \mu \Omega \cdot \text{cm par atome pour cent.}$$

L'incertitude sur le résultat tient compte de la précision des mesures de résistivité (1,5 %) et de l'incertitude de ± 6 % sur la concentration en soluté, telle qu'elle résulte de l'analyse chimique.

Si l'on considère que ce traitement correspond à une mise en solution au hasard des atomes d'yttrium parmi les atomes de magnésium, c'est-à-dire à une interaction nulle entre les atomes solutés, les résultats précédents traduisent l'influence de l'élément d'addition sur la structure électronique du magnésium pur. L'effet est alors additif.

Le coefficient γ , ou facteur de LINDE [29], peut être comparé à celui trouvé pour d'autres solutés dans le magnésium [30, 31, 32]. Le tableau XV représente

une partie de la table périodique avec les valeurs correspondantes de γ et d (diamètre atomique).

Les résultats figurant dans ce tableau montrent que la règle de LINDE ne s'applique pas au magnésium et qu'il n'est pas possible de relier simplement les valeurs de γ au nombre d'électrons de valence, à la période occupée par l'atome soluté et à son diamètre atomique. On constate en outre que l'yttrium est l'élément agissant le plus sur la résistivité du magnésium.

Nous avons supposé précédemment que tout l'yttrium était en solution solide.

TABLEAU XV

	Groupe I γ d	Groupe II γ d	Groupe III γ d	Groupe IV γ d
Période 2	Li 0,75 3,04			
Période 3		Mg 3,21	Al 2,0 3,64	
Période 5			Y 6,25 3,62	
	Ag 0,75 2,88	Cd 0,68 3,05	In 2,0 3,15	Sn 5,2 3,18
Période 6			Tl 3,2 3,43	Pb 5,2 3,5
Période 6 (Terres rares)		Nd 1,47 3,64		

En fait, pour des concentrations supérieures à 0,87 % atomique, les alliages présentent des bandes ségréguées constituées par de l'yttrium pur (fig. 7), qui ne peuvent être redissoutes dans la matrice après des traitements de l'ordre de 900 h. à 555°. L'yttrium de ces bandes semble avoir la même action sur la résistivité que l'yttrium en solution : les atomes d'yttrium agiraient donc comme des centres de diffusion indépendants.

Après le traitement II, les lacunes en sursaturation ont disparu et la résistivité baisse légèrement par rapport à celle des alliages ayant subi le traitement I. Pour des concentrations supérieures à 0,87 % atomique, une précipitation de la phase ϵ aux sous-joints (fig. 7) entraîne une baisse plus marquée de la résistivité. Ceci montrerait que dans la phase ϵ les atomes d'yttrium n'agissent plus comme des centres indépendants.

En conclusion, l'étude de la résistivité d'alliages magnésium-yttrium de faible concentration en yttrium montre que cet élément a une action importante sur la conductivité du magnésium. Le "facteur de LINDE" correspondant vaut $6,25 \mu \Omega \cdot \text{cm}$ par atome pour cent à 295 K. Lorsque l'yttrium se rassemble sous forme de ségrégation, la résistivité ne se trouve pas perturbée. Par contre, sa présence dans la phase ϵ entraîne une diminution notable de la résistivité.

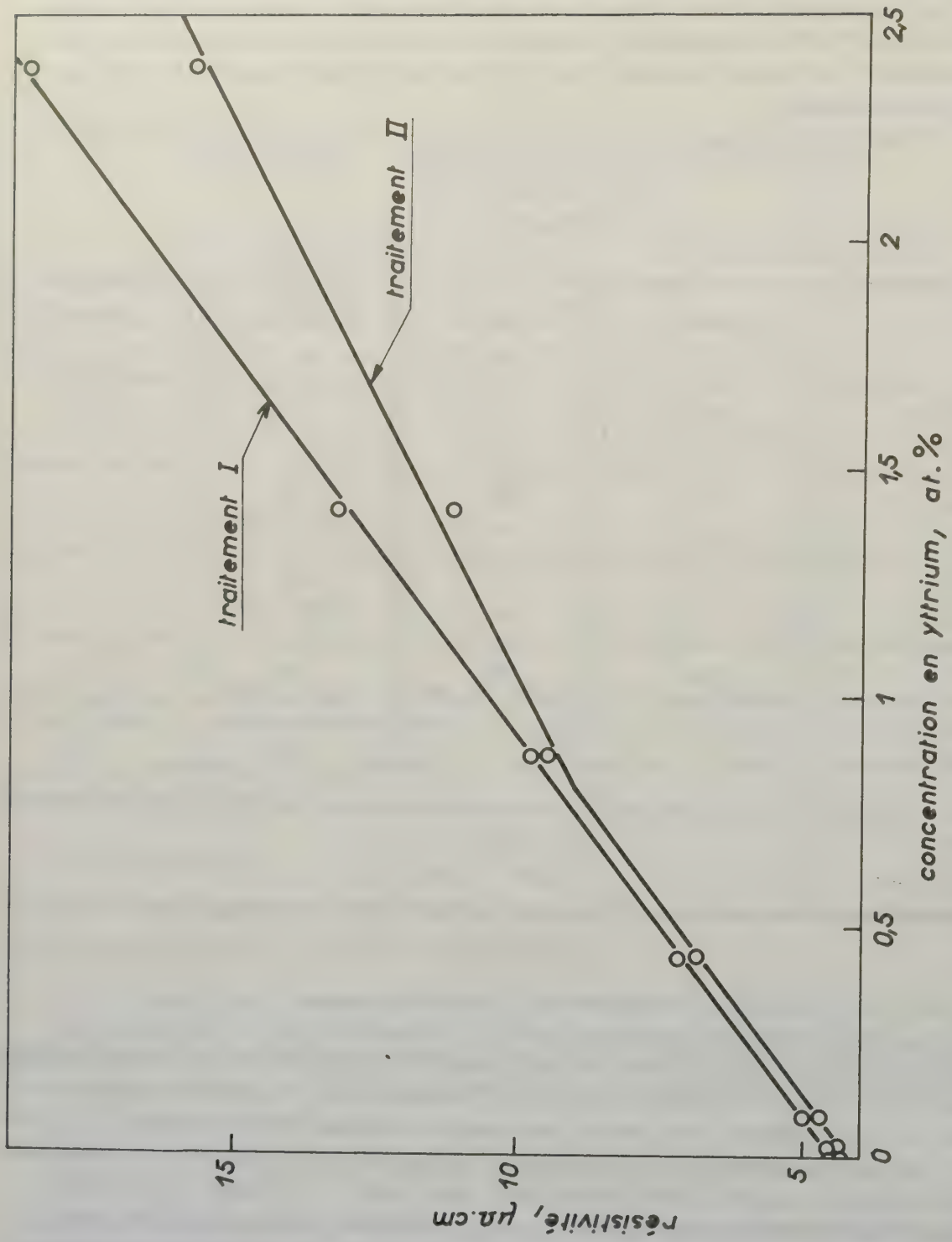


Fig. 26.- Résistivité d'alliages magnésium yttrium de faible concentration en yttrium.

CONCLUSIONS

Les résultats obtenus par les diverses méthodes employées permettent d'infirmier ou de confirmer un certain nombre de lignes du diagramme d'équilibre :

- a) du côté riche en magnésium, la solubilité limite à l'état solide de l'yttrium dans le magnésium, déterminée par l'étude de la diffusion chimique, concorde avec celle déterminée précédemment par D. MIZER et J.B. CLARK. La solubilité maximale (12,8 %), déterminée par voie directe, est en excellent accord avec celle que D. MIZER et J.B. CLARK ont obtenue par extrapolation des lignes du diagramme. Notre détermination de la courbe solidus correspondante, déterminée par l'A.T.D., s'identifie avec celle de ces auteurs. Par contre, la courbe liquidus se trouve déplacée vers des températures plus élevées et se confond avec celle trouvée par E.D. GIBSON et O.N. CARLSON.
- b) les températures eutectiques, $\theta_E = 567^\circ$, et péritectique, $\theta_P = 605^\circ$, déterminées par l'A.T.D., sont identiques à celles trouvées antérieurement.
- c) la composition de l'eutectique, $x = 26,7\%$ en poids d'yttrium, trouvée par l'A.T.D., est en accord avec les valeurs précédentes.
- d) parmi les diverses structures et compositions antérieurement proposées pour les composés intermétalliques, seules celles correspondant aux phases ϵ ($Mg_{17}Y_3$), δ (Mg_5Y_2) et γ (MgY) appartiennent au diagramme d'équilibre, comme le montrent nos analyses à la microsonde électronique.
- e) par l'étude de la diffusion à l'état solide, nous avons mis en évidence un domaine d'existence de la phase ϵ , dont l'étendue a été déterminée, et avons confirmé que la phase δ est un composé intermétallique stoechiométrique. Nous signalons, pour la première fois à notre connaissance, l'existence de deux phases du diagramme métastable : les phases χ , de composition 48 % en poids d'yttrium et δ' de composition 65 %, de formule Mg_2Y .
- f) nous avons trouvé, par l'A.T.D., la chaleur de la réaction eutectique :

$$\Delta H_E = 155 \pm 30 \text{ cal.g}^{-1}$$

- g) nous avons déterminé pour les faibles teneurs en yttrium ($\approx 2,5\%$ en poids d'yttrium), les paramètres de la diffusion chimique à l'état solide :

$$D_O = 1,31 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

$$E = 1,14 \pm 0,1 \text{ eV}$$

- h) nous avons déterminé pour les faibles teneurs en yttrium (jusqu'à 8,2 % en poids) la résistivité des alliages et nous avons calculé le "facteur de LINDE" à la température

ambiante

$$\gamma = \frac{\Delta \rho}{A} = 6,25 \mu \Omega . \text{cm par atome pour cent.}$$

Cette valeur est la plus importante de celles qui ont été trouvées pour les alliages de magnésium.

ANNEXE I

CORRECTIONS DANS L'ANALYSE
A LA MICROSONDE ELECTRONIQUE

Les calculs de correction à apporter aux valeurs trouvées expérimentalement étant toujours sujets à de nouvelles modifications, nous donnons ici ceux que nous avons effectués.

La raie utilisée est $Y_{L\alpha}$ de longueur d'onde $\lambda_{L\alpha} = 6,449 \text{ \AA}$ sous une tension d'excitation de 15 kV.

L'échantillon de référence est constitué par l'yttrium pur. Les deux principales corrections faites sont : la correction d'absorption et la correction du numéro atomique.

a) Correction d'absorption

Pour la correction d'absorption, nous utilisons les coefficients d'absorption massiques proposés par K.F.J. HEINRICH [21] :

$$\left[\frac{\mu}{\rho} \right]_{Y_{L\alpha}}^{Mg} = 2138 \text{ cm}^2 \cdot \text{g}^{-1} \quad \left[\frac{\mu}{\rho} \right]_{Y_{L\alpha}}^Y = 914 \text{ cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$$

La correction est effectuée à l'aide de la formule :

$$k_y = k_y^{\theta} \frac{f(\chi)_{Y/Y}}{f(\chi)_{Y/Y}^{Mg}}$$

où k_y = rapport des intensités primaires engendrées,

k_y^{θ} = rapport des intensités primaires émergentes corrigées du bruit de fond (moyenne des lectures de part et d'autre de la raie caractéristique) et du temps mort (déterminé pour l'appareil utilisé) et non de la fluorescence supposée négligeable,

$f(\chi)$ = facteur de correction ou fraction de rayons X émergents de la surface, dont l'expression établie par J. PHILIBERT [22] est :

$$f(\chi) = \frac{1 + h}{\left| 1 + \frac{\chi}{\sigma} \right| \left| 1 + h \left| 1 + \frac{\chi}{\sigma} \right| \right|}$$

avec $h = 1,2 \frac{A}{Z^2}$; A = poids atomique,
 Z = nombre atomique ;

$\chi = \left[\frac{\mu}{\rho} \right] \cos \theta$; $\frac{\mu}{\rho}$ = coefficient d'absorption massique =

$$C_Y \left[\frac{\mu}{\rho} \right]^Y + C_{Mg} \left[\frac{\mu}{\rho} \right]^{Mg} \text{ pour l'échantillon}$$

θ = angle d'émergence des rayons X analysés = 20° pour la micro-sonde Cambridge "Microscan".

σ = coefficient de LENARD modifié.

Cette formule a été modifiée par P. DUNCUMB et P.K. SHIELDS [23] pour tenir compte de l'effet de potentiel d'excitation critique qui introduit un nouveau coefficient de LENARD σ_C :

$$\sigma_C = \frac{2,39 \cdot 10^5}{E_O^{1,5} - E_C^{1,5}}$$

avec E_O = potentiel utilisé en kV.

E_C = potentiel d'excitation critique $E_C = 2,079$ kV pour $Y_{L\alpha}$.

Les valeurs de la fonction $f(X)$ sont tabulées par J.W. COLBY [24] et J.W. COLBY et J.F. NIEDERMEYER [25].

b) Correction de nombre atomique

Compte tenu de la grande différence de nombre atomique entre le magnésium et l'yttrium, pour obtenir la concentration vraie, nous appliquons la correction de nombre atomique qui s'exprime par [20].

$$C_Y = k_Y \frac{R_{Y/Y} / S_{Y/Y}}{R_{Y/Y-Mg} / S_{Y/Y-Mg}}$$

avec R = facteur de rétrodiffusion.

$1/S$ = facteur de pénétration.

Les valeurs de R ont été tabulées par P. DUNCUMB [26] à partir des résultats de H.E. BISHOP [27] obtenus par la méthode de Monte-Carlo, en fonction de Z et de U avec U = taux d'excitation de l'élément analysé = $\frac{E_O}{E_{LII}} = 7,23$ pour $Y_{L\alpha}$. Soit $R_Y = 0,772$ et $R_{Mg} = 0,935$.

Pour l'échantillon, on utilise la relation empirique :

$$R_{ech} = \sum_i C_i R_i$$

et $1/S$ se calcule à l'aide des lois de BETHE qui sont tabulées sous forme de M/S fonction de W pour diverses valeurs de U avec :

$$M_Y = \left[\frac{Z}{A} \right]_Y = 0,438 ; \quad M_{Mg} = 0,495$$

$$M_{ech} = \left[\frac{Z}{A} \right]_{ech} = \sum_i C_i \left[\frac{Z}{A} \right]_i$$

$$\text{et } W_Y = \frac{1,166 E_{Y_{L\alpha}}}{J_Y} = 5,45 \quad \text{et} \quad W_{Mg} = \frac{1,166 E_{Y_{L\alpha}}}{J_{Mg}} = 17,56$$

où $J = 11,5 Z$, soit $J_Y = 448,5$ eV et $J_{Mg} = 138$ eV

J = potentiel moyen d'ionisation en eV.

$$\text{Log } W_{\text{ech}} = \frac{1}{M_{\text{ech}}} \sum_i \left[C_i M_i \log \frac{1,166 E_i}{J_i} \right]$$

W_{ech} étant une moyenne logarithmique des W_i des éléments constitutifs, la pondération se faisant par les $C_i \left[\frac{Z}{A} \right]_i$.

La méthode consiste alors à calculer pour diverses valeurs de C_i les valeurs correspondantes de k_y puis de k_y^θ et de tracer une courbe d'étalonnage qui permet de déterminer alors les C_i à partir des valeurs de k_y déduites des lectures faites à la sonde électro-nique (fig. 27). Les principaux points calculés sont reportés dans le tableau XVI.

TABLEAU XVI			
Composé supposé	$C_y 10^2$	$k_y 10^2$	$k_y^\theta 10^2$
	2	1,72	0,97
	4	3,44	1,97
	6	5,19	3,01
	8	6,95	4,08
	10	8,72	5,25
	12	10,5	6,4
$Y_4 \text{ Mg}_{25}$	36,8	32,3	22,7
$Y_3 \text{ Mg}_{17}$	39,2	34,45	24,6
$Y_5 \text{ Mg}_{24}$	43,2	38,1	27,8
$Y_2 \text{ Mg}_5$	59,4	52,1	41
$Y \text{ Mg}_2$	64,7	58	47,5
$Y \text{ Mg}$	78,5	73	64,7

Comme nous le voyons, cette correction est importante dans le cas du rayonne-
ment L_α .

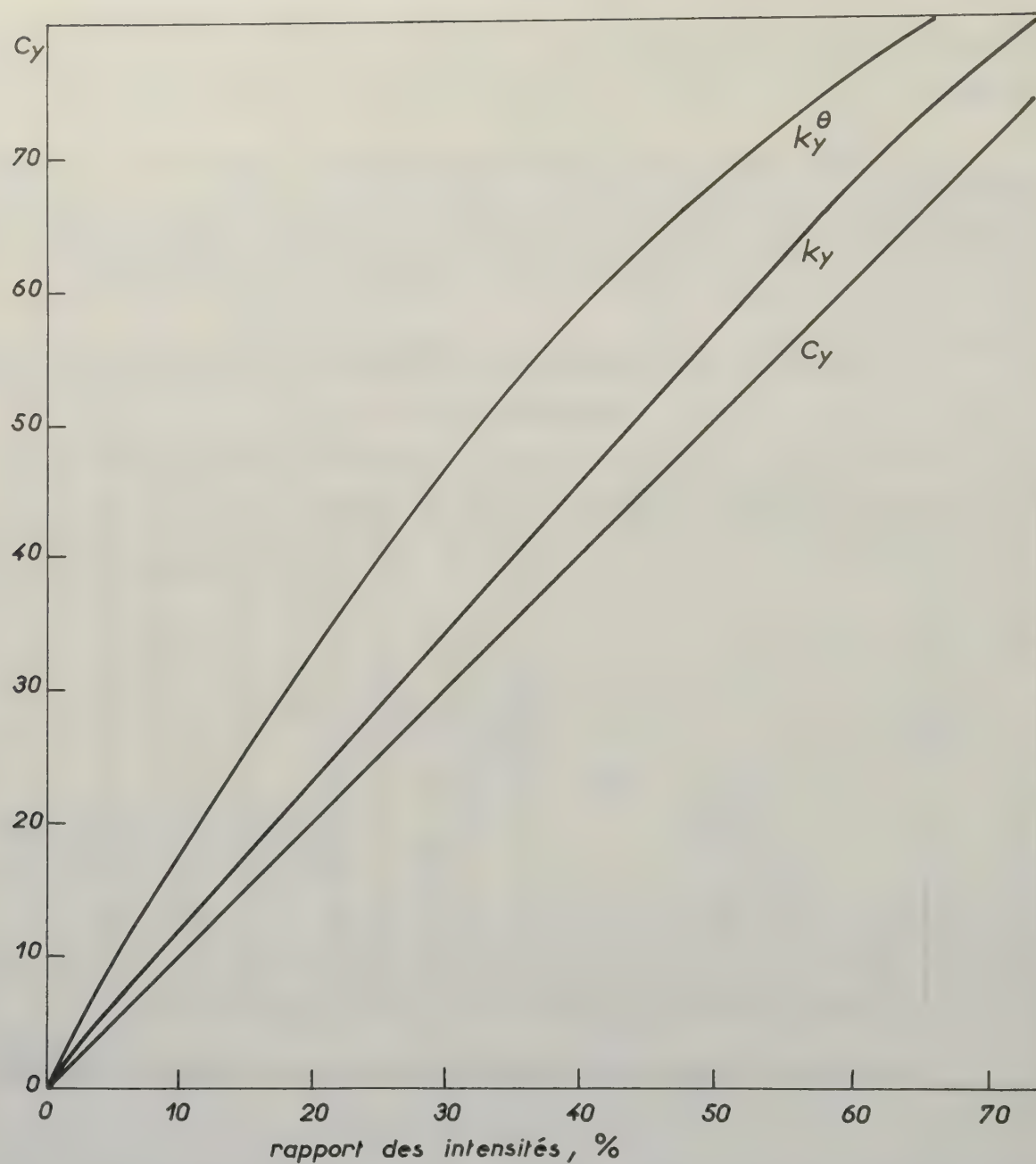


Fig. 27 - Courbe d'étalonnage pour $Y_{L\alpha}$ sous 15 kV, $\theta = 20^\circ$.

C_y = concentration vraie en poids

K_y = rapport des intensités primaires engendrées,

K_y^θ = rapport des intensités primaires émergentes.

CHAPITRE V

MECANISME DE DEFORMATION DU MAGNESIUM PUR
ET ETAT STRUCTURAL DU MATERIAU ETUDIE

Le magnésium cristallisant dans le système hexagonal compact, présente un nombre limité de systèmes de glissement, donc une ductilité réduite. Le but que l'on se propose en ajoutant un élément d'addition est de rendre actifs des systèmes de glissement inactifs, tout en assurant une bonne résistance mécanique à l'alliage.

Après un rappel des connaissances actuelles sur la déformation du magnésium pur, nous décrirons dans ce chapitre l'état structural du matériau étudié.

I - RAPPEL DES MECANISMES DE DEFORMATION DU MAGNESIUM PUR

A - MODES DE DEFORMATION

Les études effectuées sur du magnésium polycristallin et monocristallin ont révélé les modes de déformation suivants [39] (tableau XVII)

TABLEAU XVII - MODES DE DEFORMATION			
Type	Modes		Références
	Plan	Direction	
Glissement basal	{ 0001 }	$\langle 1\bar{2}10 \rangle$	33, 34, 35
Glissement prismatique	{ 1010 }	$\langle 1\bar{2}10 \rangle$	34
Glissement pyramidal	{ 1011 }	$\langle 1\bar{2}10 \rangle$	33, 35, 36
Maclages	{ 1012 }	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$	33
	{ 3034 }	$\langle 2023 \rangle$	37, 38
	{ 1013 }	-	37, 38
	{ 1124 }	-	38
	{ 1011 }	-	37
	{ 1014 }	-	37
	{ 1015 }	-	37
	{ 1121 }	-	37

Les seuls modes bien établis sont les glissements { 0001 }, { 1010 }, { 1011 } et les maclages { 1012 } et { 3034 }. On a seulement tenté de mettre en évidence les autres modes de maclage.

Comme on peut le remarquer, le glissement dans ce métal hexagonal compact se produit toujours dans la direction de plus grande densité atomique, indiquant que le vecteur de BURGERS des dislocations, qui interviennent dans le glissement, est toujours $b' = \frac{a}{3} \langle 1\bar{2}10 \rangle$. Le glissement se produit toujours facilement sur le plan de base. A basse température, dans le cas du métal polycristallin, à ce glissement basal se superpose le glissement prismatique, tandis qu'à haute température (> 473 K) ce dernier mode de glissement ne peut plus se produire et est remplacé par le glissement pyramidal. En outre, un glissement des joints de grains intervient à haute température dans la déformation du métal polycristallin.

Le cisaillement de maclage [40] et le glissement aux joints de grains [37] contribuent pour une faible part à la déformation du métal. Les divers modes de glissement n'introduisent que quatre systèmes de cisaillement indépendants, alors que le critère de VON MISES [41, 42] en requiert cinq pour que le métal se déforme de façon homogène d'un grain à un autre sans changement de volume. Le magnésium possède ainsi une faible ductilité [43] de l'ordre de 5 % à la température ambiante.

B - MECANISMES DE DEFORMATION

Les mécanismes de déformation sont les processus athermiques ou activés thermiquement qui déterminent la cission critique pour les divers modes de glissement. Les seules informations données par la littérature correspondent au glissement basal et prismatique. L'effet de la température sur ces cissions est donné dans la figure 28.

a) Glissement basal [44, 45, 46]

Il existe deux domaines de température. Dans la région I, où la cission diminue presque linéairement lorsque la température augmente, la déformation est contrôlée par un mécanisme activé thermiquement qui est identifié comme le "mécanisme d'intersection avec les arbres de la forêt de dislocations".

Dans la région II, la cission diminue faiblement, dans le même rapport que le module de COULOMB lorsque la température augmente. La déformation athermique est provoquée par les dislocations qui se déplacent dans les champs de contrainte à longue distance de groupes de dislocations et de boucles sessiles contenues dans le plan de base.

A plus haute température, la déformation est gouvernée par un mécanisme activé thermiquement qui serait la restauration mécanique.

b) Glissement prismatique [39]

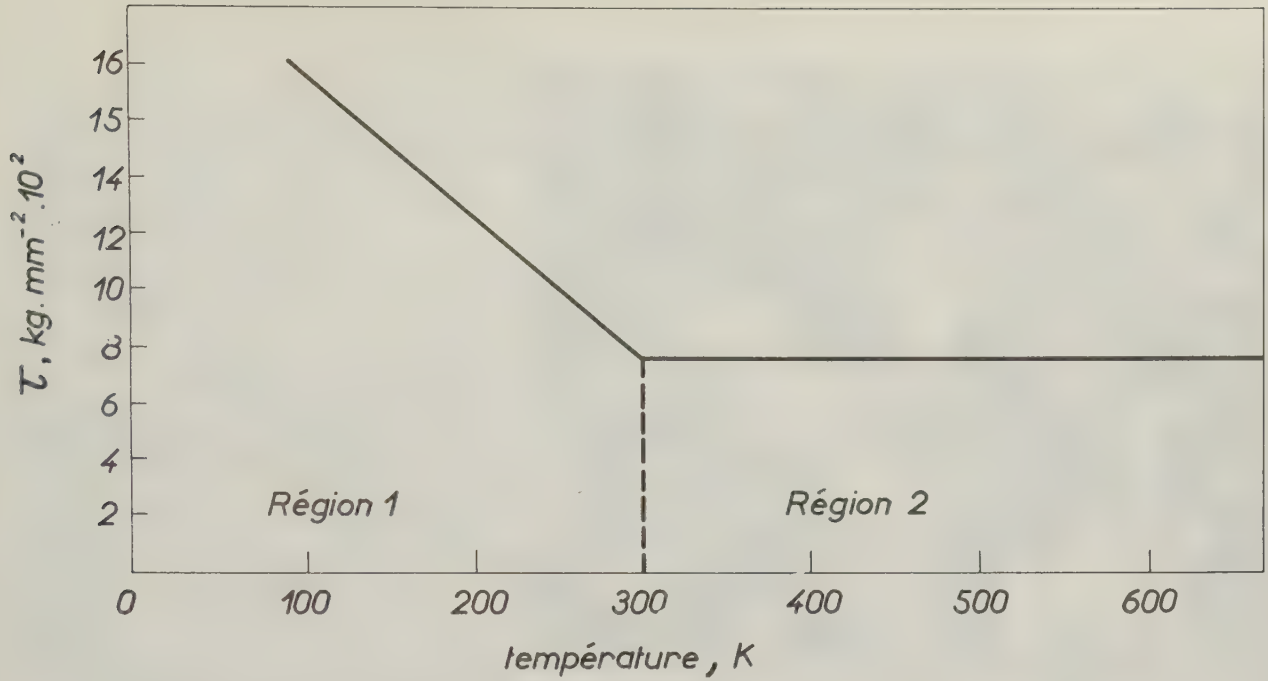
Il existe deux domaines de température. A basse température, l'obstacle au glissement est constitué par les barrières de PEIERLS. A plus haute température ($T > 450$ K), la déformation est contrôlée par le glissement dévié.

C - DEFORMATION A HAUTE TEMPERATURE (Fluage secondaire)

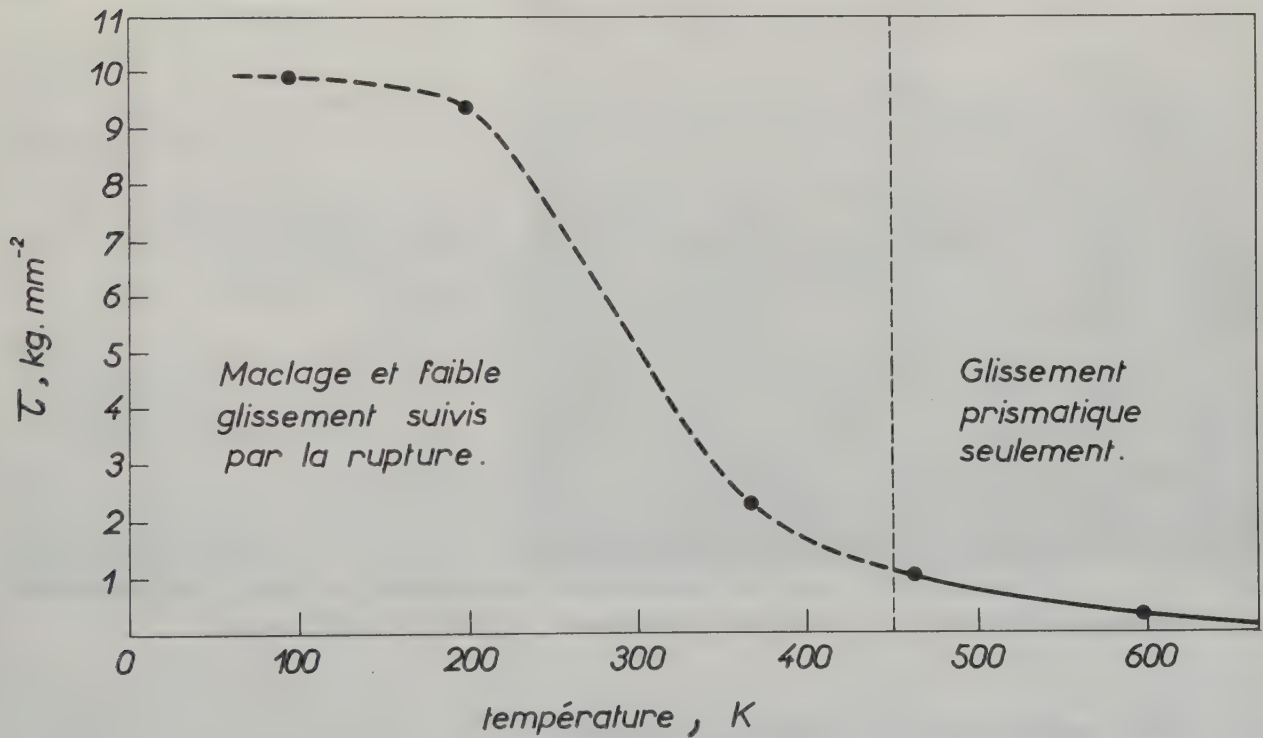
Pour des températures supérieures à la moitié de la température de fusion d'un métal, le mécanisme qui contrôle généralement la déformation possède une énergie d'activation constante qui est celle de l'auto-diffusion. Cependant dans le cas du magnésium polycristallin, on a trouvé des déviations à cette loi.

W.J. Mc G. TEGART [47] a calculé par la méthode des variations cycliques de température les énergies d'activation du fluage. Les résultats (fig. 29) montrent une variation de cette énergie avec la température. Un processus auquel correspond une faible énergie de 26 à 29 kcal.mole⁻¹ semble prépondérant à des températures inférieures à 0,6 Tf. Au-dessus de 0,75 Tf, un autre processus apparaît avec une énergie de 50 à 55 kcal.mole⁻¹, Tf désignant la température de fusion en K. Le premier processus serait la juxtaposition du glissement basal et de la formation de sous-joints par montée des dislocations coins, ce qui expliquerait une énergie d'activation voisine de celle de l'autodiffusion. Dans le deuxième processus se superposent un glissement basal prépondérant et un glissement non basal, ou dévié. Les exposants relatifs à la contrainte dans la relation $\dot{\epsilon} = k\sigma^n \exp - \frac{Q}{kT}$ ont été trouvés respectivement égaux à $n = 5,5$ à basse température et $n = 4$ à haute température, valeurs trop fortes pour les processus supposés (pour lesquels n serait respectivement égal à 4,5 et 2).

R.B. JONES et J.E. HARRIS [48] ont soumis du magnésium polycristallin de grosseur de grain 0,06 à 0,10 mm à l'essai de fluage sous contrainte constante et à l'essai de traction à vitesse constante dans le domaine de température 473 K - 700 K. Pour des vitesses de fluage $< 10^{-6}$ s⁻¹, une énergie d'activation pour le fluage secondaire de $25,1 + 3,7$ kcal.mole⁻¹ a été calculée et trouvée indépendante de la température et de la déforma-



A. Glissement basal



B. Glissement prismatique

Fig. 28. — Cission critique fonction de la température.

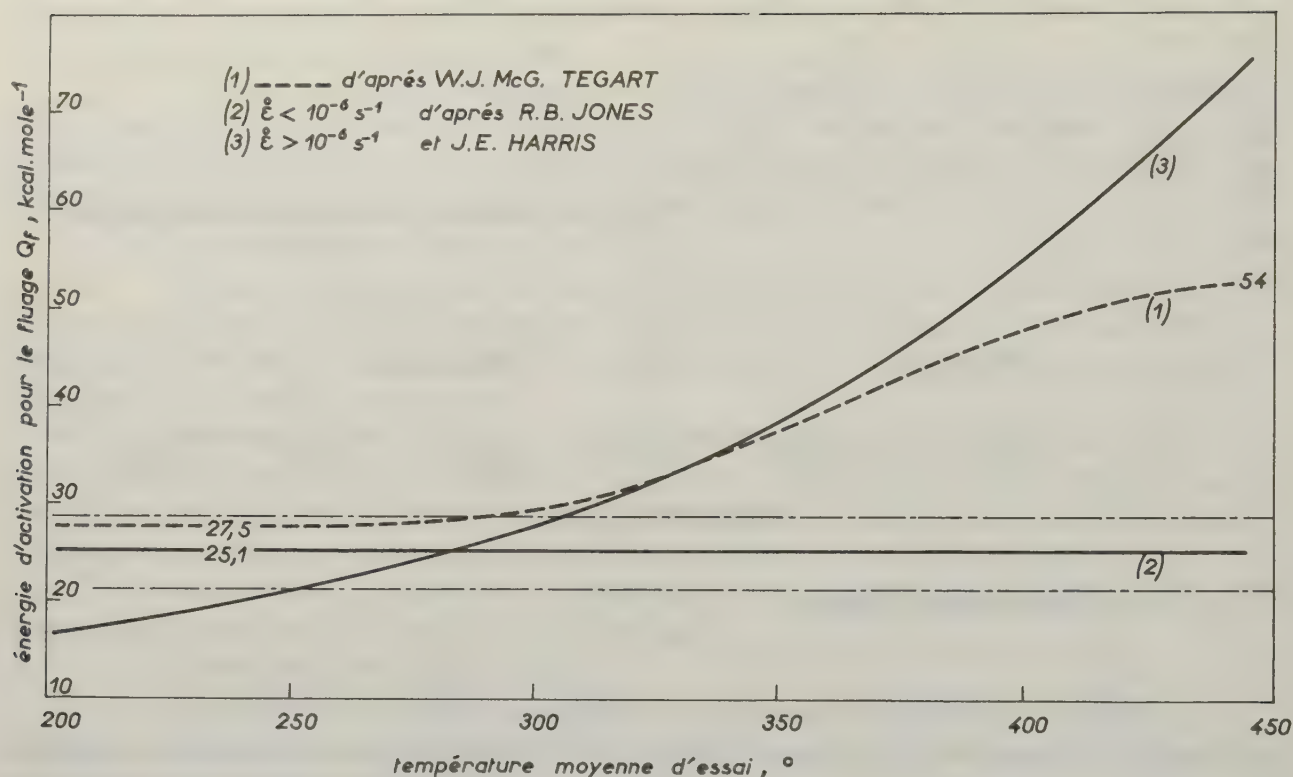


Fig. 29 - Energie d'activation apparente du fluage du magnésium pur.

tion (fig. 29). L'exposant relatif à la contrainte dans ce cas est compris entre 4 et 5. A des vitesses supérieures, l'énergie d'activation apparente et l'exposant augmentent avec la température et cette variation est associée à un glissement dévié non basal devenant le mode de déformation prépondérant.

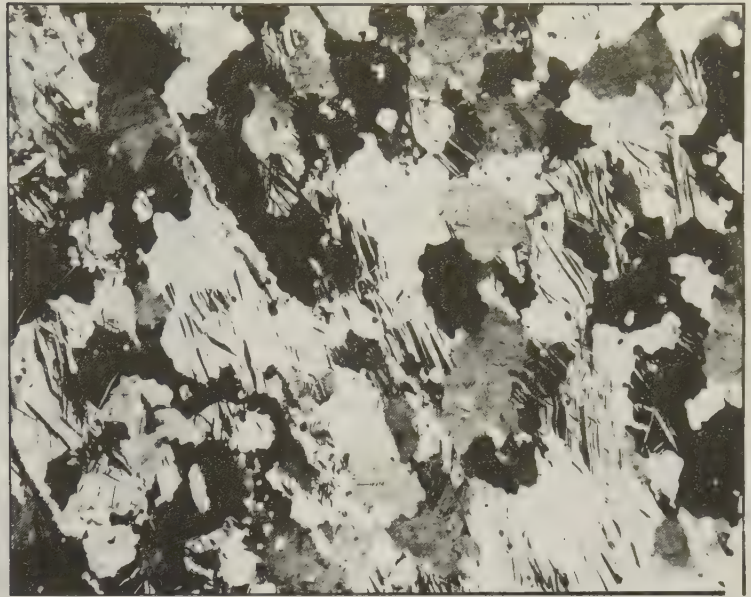
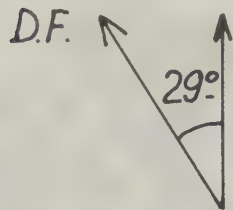
G.B. GIBBS [49], au contraire, trouve que la déformation due au fluage dans le domaine de vitesse $3,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ - $3,3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ semble gouvernée par le mouvement non conservatif des dislocations vis avec crans dans le plan de base. Le "volume d'activation", mesuré par relaxation, dépend de l'espacement moyen entre ces crans.

En conclusion, nous constatons que la déformation du magnésium se produit principalement par glissement dans le plan de base, avec possibilité de déviation dans le plan prismatique ou pyramidal. Alors que les mécanismes responsables sont à peu près identifiés pour les monocristaux, ils ne le sont pas encore dans le cas des polycristaux.

II - ETAT STRUCTURAL DU MATERIAU ETUDIE

Les quatre alliages étudiés, repérés de 1 à 4, ont une composition qui est donnée dans le tableau III. Ces alliages sont initialement dans un état corroyé. La mise en forme a consisté en un filage à 300°, à la vitesse de $3,5 \text{ m.mn}^{-1}$ et avec un taux de réduction de 10. Les micrographies du matériau brut de filage apparaissent dans les figures 30 et 31.

Alliage 1
(Gx50)



Alliage 2
(Gx50)

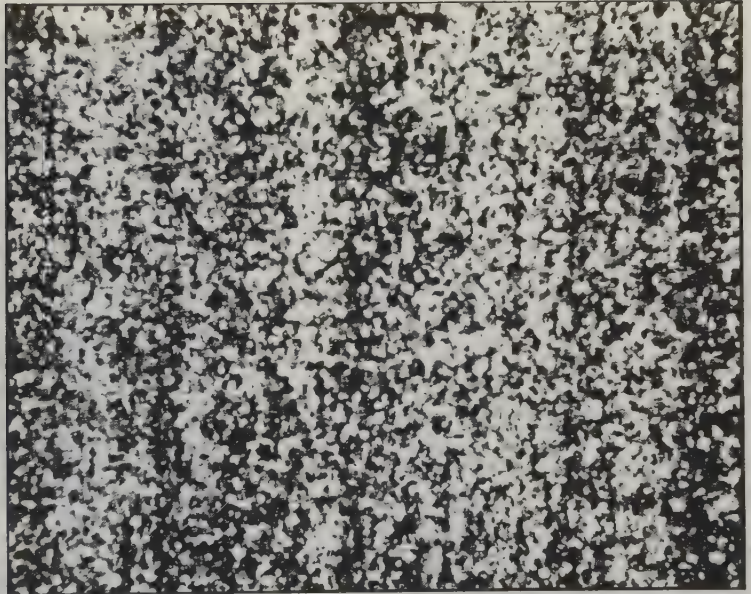
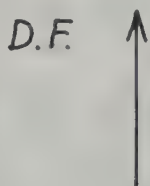


Fig.30.- Micrographies des alliages à l'état filé.

Alliage 3

D.F. ↑



Alliage 4

D.F. ↑

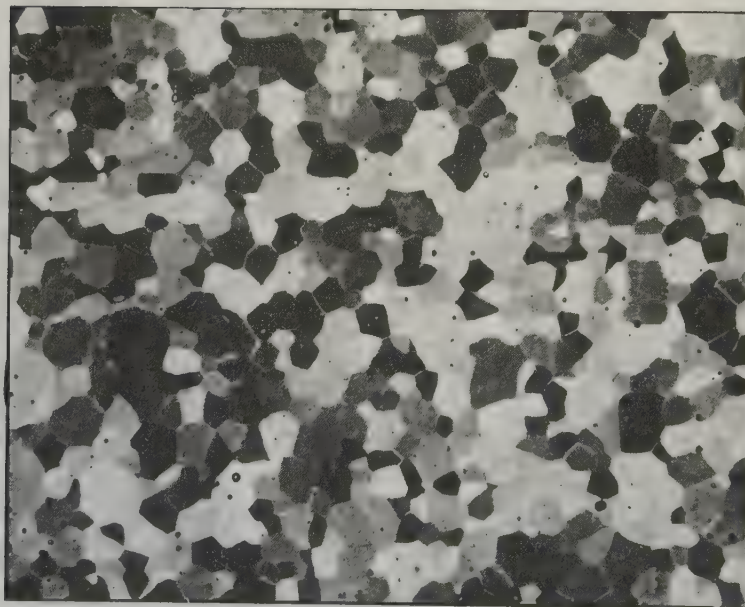


Fig.31.— Micrographies des alliages à l'état filé.

Des éprouvettes rondes de dimensions : diamètre 4 mm, longueur utile 20 mm, et des éprouvettes plates de dimensions transversales 2 x 3 mm et de longueur utile 20 mm, ont été usinées dans ces barres filées.

A - TRAITEMENT THERMIQUE

Après polissage chimique au nital à 10 % pour enlever toute trace superficielle d'écrouissage provoquée par l'usinage, les éprouvettes subissent un traitement de mise en solution à 550° (au-dessous de la température de la réaction eutectique), sous atmosphère de gaz carbonique, pendant 24 heures pour les alliages 1, 2 et 3 et pendant 48 heures pour l'alliage 4. Ce recuit est suivi d'une trempe à l'eau. Ce traitement thermique constitue un compromis entre une mise en solution totale des particules dispersées d'yttrium (cas de l'alliage 4) et une croissance exagérée de la grosseur du grain. La pellicule d'oxyde formée au cours de ce traitement est enlevée par polissage chimique.

Les éprouvettes plates destinées à l'observation micrographique sont polies mécaniquement, puis électrolytiquement dans une solution : 90 % butyl-glycol - 10 % acide perchlorique sous 3 V pendant 15 s.

L'état physico-chimique de ces alliages se déduit de l'ensemble des résultats exposés dans les chapitres précédents : à l'équilibre thermodynamique, ces alliages forment une solution solide à haute température ; une deuxième phase ϵ apparaît à température plus basse (fig. 4).

Préalablement aux essais mécaniques, nous déterminons deux paramètres qui interviennent dans la déformation plastique : la grosseur du grain et la texture du matériau.

B - GROSSEUR DU GRAIN

La grosseur de grain mesurée par la méthode des intersections est donnée dans le tableau XVIII.

TABLEAU XVIII - GROSSEUR MOYENNE DES GRAINS EN μ m.		
Alliage	Etat brut de filage	Etat recuit
1	250	250 - ∞
2	20	150
3	100	400
4	70	300

Alors que dans les alliages 2, 3 et 4 la taille est homogène, l'alliage 1 présente une structure hétérogène formée d'agrégats de grains petits aux joints de grains plus importants dont les dimensions peuvent atteindre celles de l'éprouvette. Des essais de détermination de la température de recristallisation pour cet alliage par étude de l'évolution de la grosseur de grain après revenus isochrones de 2 heures à températures croissantes indiquent qu'il n'y a pas de transition bien définie et qu'une recristallisation partielle se produit déjà entre 100° et 200°.

C - RECRISTALLISATION

Les phénomènes de recristallisation gouvernent très souvent la déformation des alliages de magnésium à haute température [37]. Une idée de leur importance nous est fournie par deux constantes qui leur sont liées : l'écrouissage critique et la "température de recristallisation".

a) Ecrouissage critique

A partir du matériau ayant subi le traitement précédent, nous déterminons l'écrouissage critique par la méthode des éprouvettes à section variable avec recuit de 24 heures à 550°. Dans l'alliage 2, l'existence d'un écrouissage critique à 1,6 % se trouve ainsi révélé, puis confirmé sur des éprouvettes à section constante (fig. 32). Pour les alliages 3 et 4, l'une ou l'autre des deux méthodes ne fait apparaître aucun écrouissage critique.

b) "Température de recristallisation"

Des plaquettes recuites sont laminées à froid à un taux de réduction de 10 % et subissent des recuits isochrones de 2 heures à des températures croissantes. Nous étudions simultanément l'évolution de la microdureté et de la structure micrographique.

Pour l'ensemble des alliages la microdureté diminue légèrement et continûment lorsque la température s'élève, mais de façon non significative à cause de la dispersion provoquée par les désorientations entre grains.

La grosseur des grains reste sensiblement constante. Nous notons la présence de nombreuses macles introduites par le laminage à froid. Celles-ci constituent des germes de recristallisation à partir desquels se développent de nouveaux grains [37]. Cette germination a lieu dans un domaine de température assez étendu ($\approx 50^\circ$). Nous pouvons ainsi déterminer une température de disparition du maclage ; 325° pour l'alliage 2, 375° pour l'alliage 3 et 425° pour l'alliage 4. La croissance ultérieure de ces grains reste limitée. La "température de recristallisation" de ces alliages est ainsi mal définie [37].

D - TEXTURES

La grosseur du grain du matériau traité ne permet pas la détermination directe des textures. Nous déterminons donc celles-ci sur le matériau brut de filage. La méthode de micrographie optique employée nous permet de constater que cette texture ne varie pas au cours du traitement thermique, ce qui s'accorde avec ce que nous savons par ailleurs des alliages de magnésium [37].

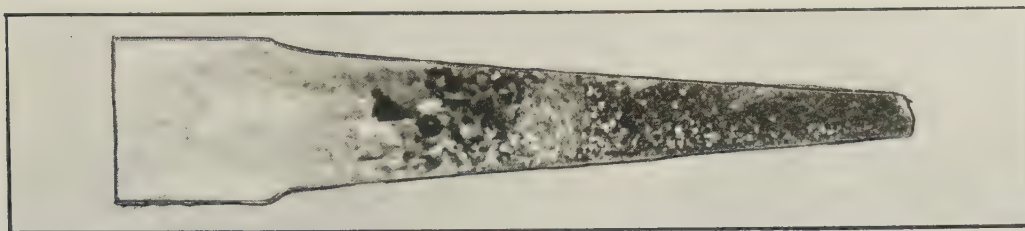
Les textures sont déterminées par radiocristallographie. Une méthode en micrographie optique nous permet de retrouver et d'expliquer ces textures.

a) Matériau et méthode

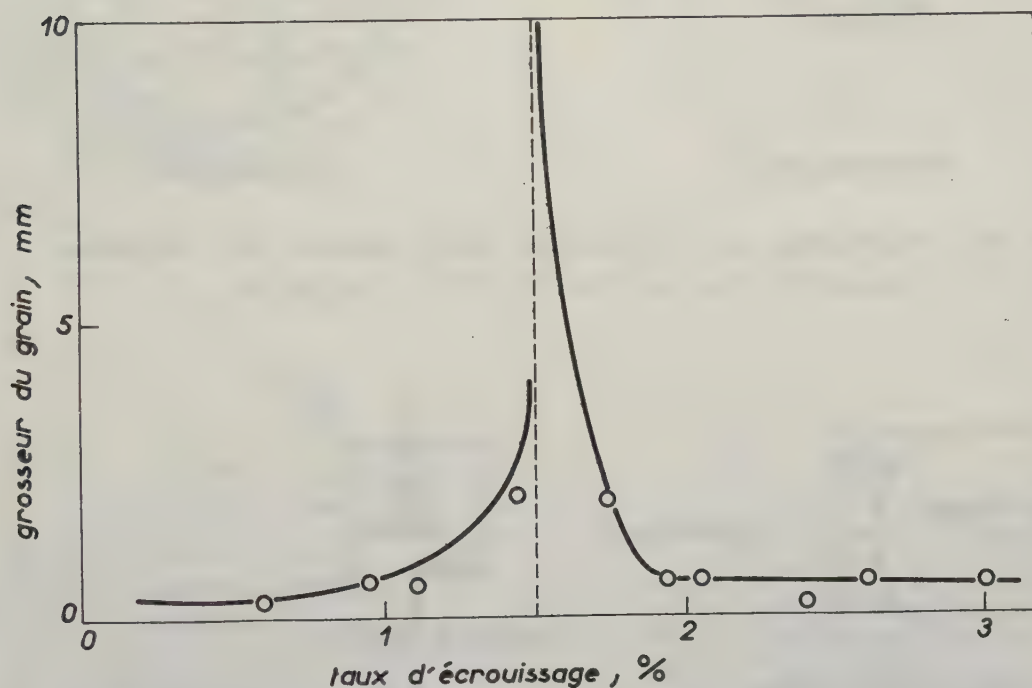
En accolant deux plaquettes identiques prélevées radialement dans le matériau filé (fig. 33), nous réalisons un échantillon carré de 30 mm de côté et 2 mm d'épaisseur.

α) Méthode radiocristallographique

Après polissage chimique pour enlever toute trace d'écrouissage, l'échantillon est monté dans un goniomètre de texture SIEMENS qui travaille en réflexion suivant la méthode de SCHUTZ [9]. Le rayonnement utilisé est $\lambda_{Cu K_\alpha} = 1,540 \text{ \AA}$ sous une tension



A. Micrographie de l'éprouvette à section variable écrouie puis recuite .



B. Ecouissage critique .

Fig. 32 - Ecouissage critique de l'alliage 2

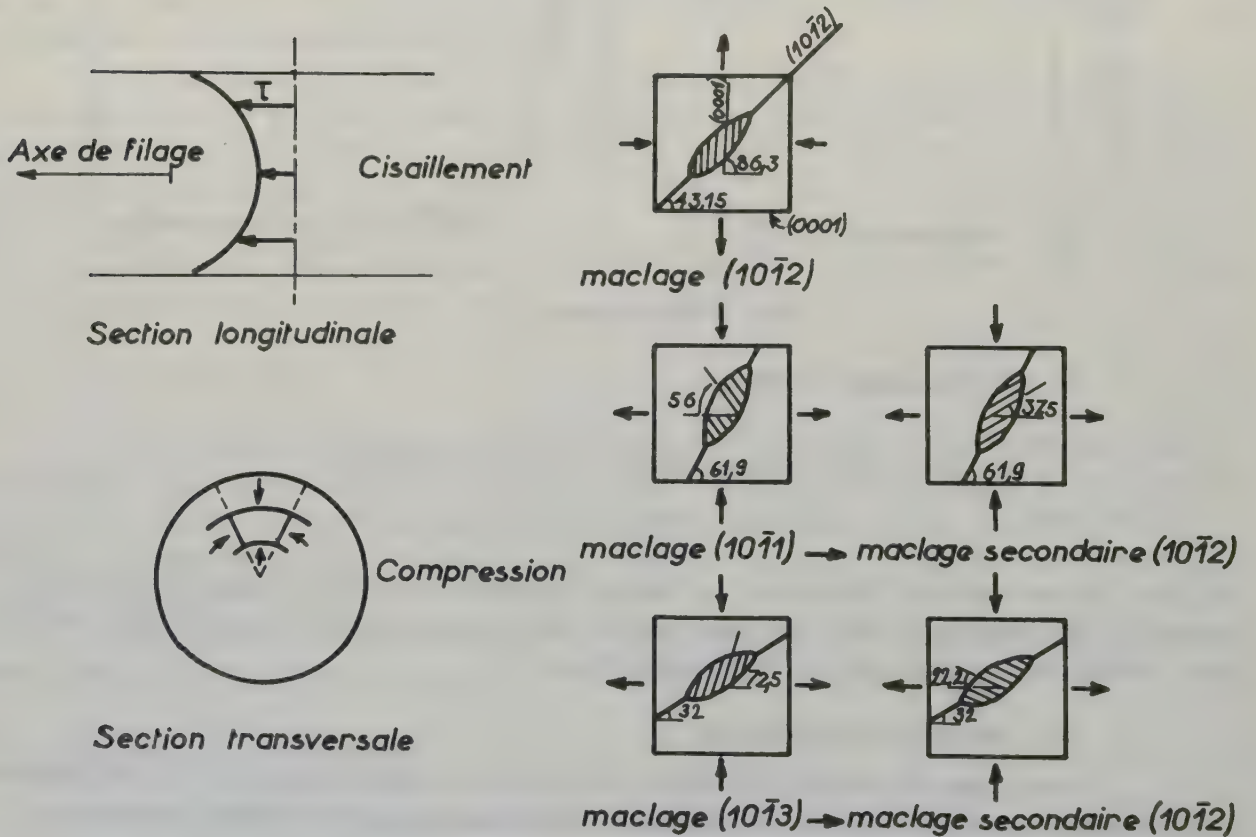
de 35 kV et une intensité de 20 mA. La sphère des pôles est décrite suivant une spirale de pas 5°. Les figures de pôle obtenues pour le plan de base (0002) et pour le plan prismatique (10 $\bar{1}$ 0) sont données sur les figures 34 et 35.

β) Méthode micrographique

On utilise la méthode de ERNST et LAVES, mise au point par S.L. COULING et G.W. PEARSALL [50] pour le magnésium : une attaque de 6 à 8 s dans une solution "acetic-picral" contenant 100 parties de picral à 6 %, 10 parties d'eau distillée et 5 parties d'acide acétique forment à la surface de l'échantillon une couche doublement réfractante. On observe cette surface en lumière polarisée après introduction d'une lame onde retardatrice entre l'échantillon et le polarisateur. La lame permet une extinction brusque et sélective de longueur d'onde tous les 90° de la rotation de l'échantillon et soulève ainsi l'ambiguïté qui existe en lumière polarisée seule. La trace du plan de base dans chaque grain est alors



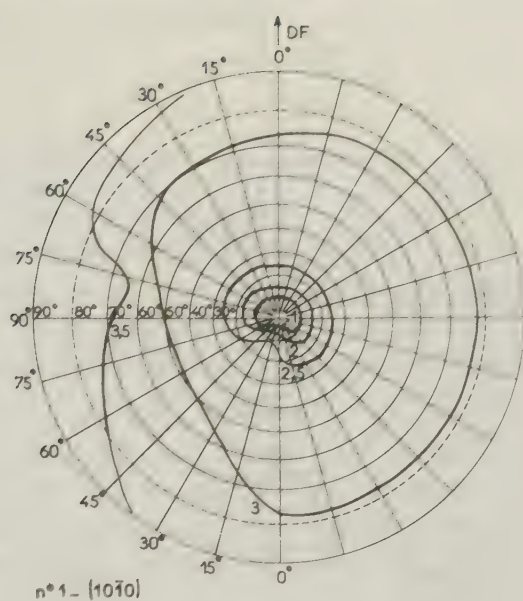
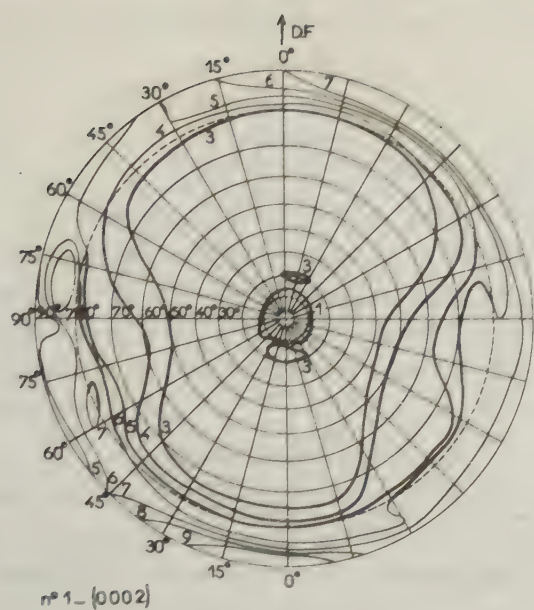
Fig. 33.— Réalisation de l'échantillon pour l'étude des textures.



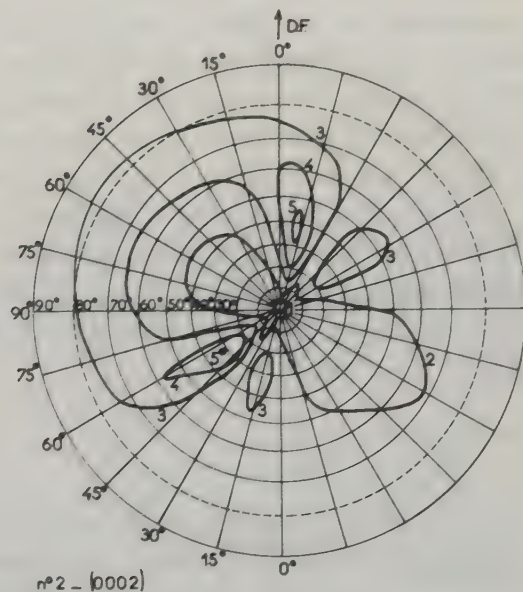
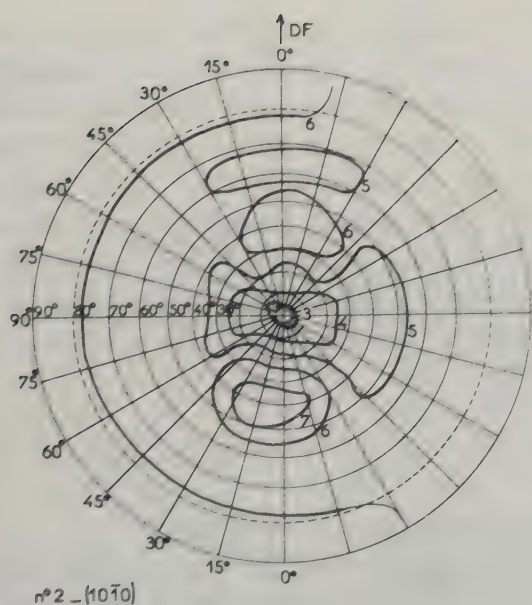
A, état des contraintes.

B, double maclage.

Fig. 36.— Développement des textures dans les alliages magnésium-yttrium.

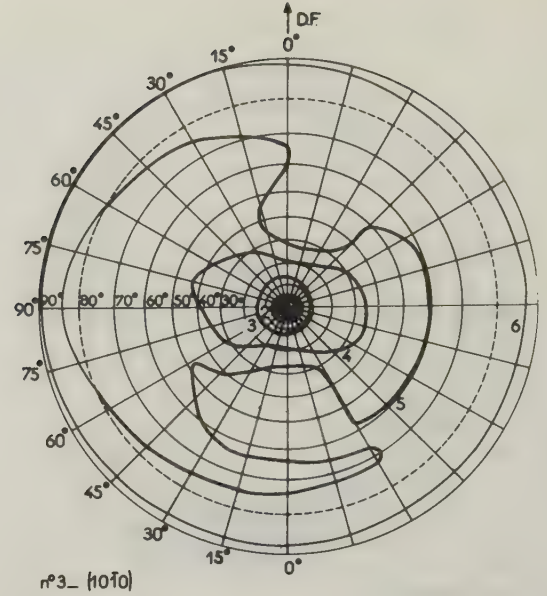
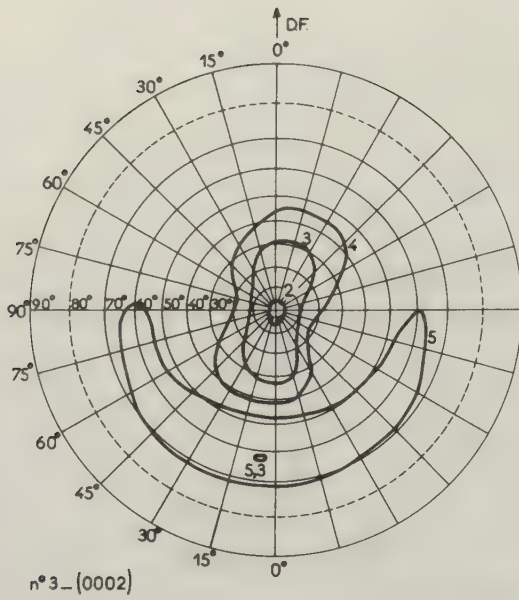


A - Alliage 1 (0,06 % en poids d'yttrium)

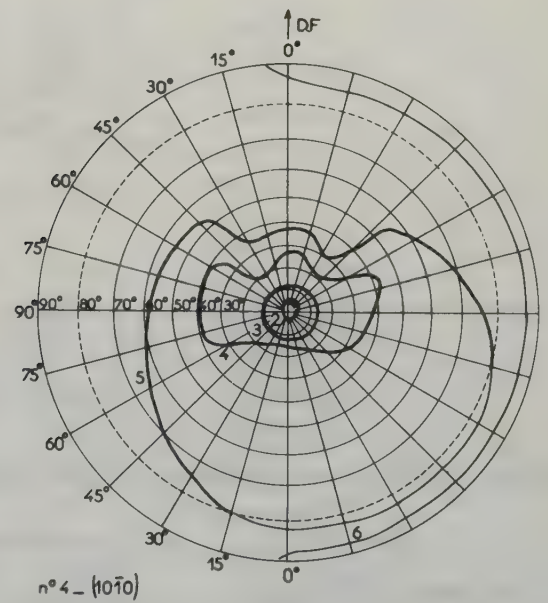
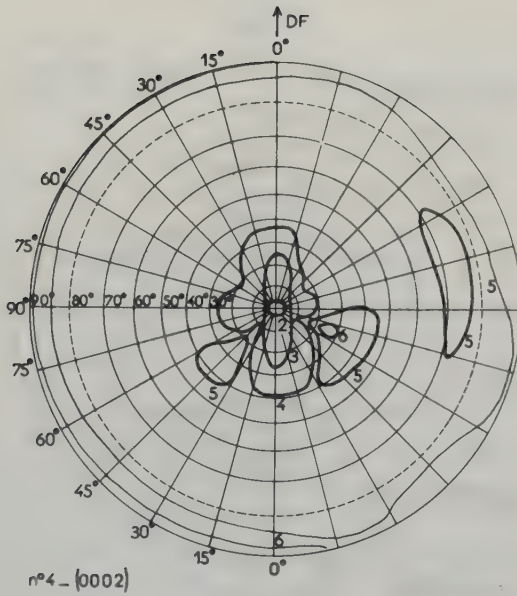


B - Alliage 2 (0,35 % en poids d'yttrium)

Fig.34.- Figures de pôle (0002) et (10 $\bar{1}$ 0) d'alliages magnésium-yttrium à l'état filé.



A - Alliage 3 (1,5% en poids d'yttrium)



B - Alliage 4 (3,1% en poids d'yttrium)

Fig. 35 - Figures de pôle (0002) et (10-10) d'alliages magnésium-yttrium à l'état filé.

exactement parallèle au fil vertical réticulaire de l'oculaire, lorsque la couleur du grain change brusquement du bleu à l'orange. Le changement d'intensité est maximal quand le plan basal est perpendiculaire à la surface, et nul lorsqu'il lui est parallèle.

b) Résultats

La texture des alliages magnésium-yttrium présente des caractères communs :

- ces textures ne sont pas de révolution autour de l'axe de filage ;
- elles s'écartent de l'orientation idéale pour laquelle l'axe c est perpendiculaire à la direction d'écoulement. Ce deuxième caractère est d'ailleurs commun à la plupart des alliages de magnésium pour lesquels on observe dans le cas de plats filés un pic de densité dédoublé, déplacé de la position idéale par une rotation autour de l'axe transverse de 20° ou 30° en général [37].

On considère [37] que les contraintes développées au cours du filage sont la superposition d'une compression (radiale ou tangentielle) et d'un cisaillement, parallèle à la direction de filage, qui augmente lorsqu'on se rapproche de la surface (fig. 36). On peut expliquer la formation des bandes alternées donnant les deux maxima de texture par la superposition de trois mécanismes :

- un double maclage, produit par la compression et entraînant une contraction le long de l'axe c ;
- un glissement basal dû au cisaillement et provoquant une rotation du plan de base ;
- une recristallisation se développant à partir des macles.

Ces caractéristiques se retrouvent dans l'ensemble de nos alliages et sont révélées par l'examen micrographique décrit ci-dessus. L'alliage 1 montre une répartition faiblement accentuée du plan de base qui s'explique sans doute par un maclage très important n'ayant pas donné lieu à la recristallisation. Pour l'alliage 2 les maxima se situent à 20° et 40° de l'axe perpendiculaire à l'axe de filage : la structure en bandes est très nettement révélée. Pour l'alliage 3, il existe un seul maximum qui se situe à 60° . La répartition de ces plans est également groupée dans l'alliage 4 sensiblement à 20° et à 90° . Toutes ces répartitions correspondent aux différents maclages possibles. Nous notons cependant qu'il n'existe pas d'axe de fibre et que ces textures doivent dépendre des conditions expérimentales qui ne respectent pas la symétrie par rapport à tout plan passant par l'axe de filage.

III - CONCLUSIONS

L'étude de la recristallisation nous permet de prévoir que les mécanismes de déformation fondés sur la recristallisation ou gouvernés par l'énergie d'autodiffusion jouent un rôle dont l'importance diminue lorsque la concentration en yttrium augmente.

Les grosseurs de grain indiquent que l'alliage 1 présente des propriétés qui sont liées au grain qui se développe au détriment des autres. Les alliages 3 et 4 possèdent des grains de grosseurs sensiblement identiques. L'alliage 2 est constitué de grains de grosseur moitié. Lorsque nous aurons à comparer les propriétés mécaniques des divers alliages entre eux, nous devrons donc tenir compte d'une résistance mécanique et d'une ductilité supérieure pour l'alliage 2 par suite de l'affinage du grain [37].

Au cours de nos essais mécaniques, les éprouvettes sont uniquement sollicitées en tension dans la direction de l'axe de filage. Les orientations privilégiées qui existent dans ces alliages permettent le maclage et le glissement dans le plan de base de préférence aux

glissements dans les plans pyramidaux ou prismatiques pour lesquels les cissions sont très élevées dans le magnésium pur. Nous pouvons prendre pour l'ensemble de ces alliages les paramètres d'orientation suivants :

$$m_1 = \frac{\sigma}{\tau} = 3 \qquad m_2 = \frac{\epsilon}{\gamma} = \frac{1}{3}$$

σ et ϵ étant la contrainte et l'allongement en tension, τ et γ la cission et le cisaillement rapportés au plan de base.

Une densité importante de plans perpendiculaires à l'axe de filage rendra l'alliage impropre à cette étude à cause de l'adoucissement géométrique auquel il donnera lieu : c'est ce que nous avons pu vérifier et c'est ce qui explique l'existence d'un crochet de traction. Les autres alliages présenteront au contraire le phénomène de durcissement géométrique, favorable à l'étude.

CHAPITRE VI

DEFORMATION PLASTIQUE PAR TRACTION

I - REALISATION DES ESSAIS

Les essais en traction sont réalisés sur une machine INSTRON. Les éprouvettes, décrites dans le chapitre précédent, sont essayées à deux vitesses de déformation : $4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $4,17 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et à diverses températures échelonnées entre -196° et 450° . Les essais à basse température sont effectués dans des bains thermostatés d'azote liquide ou de fréon refroidi par l'azote liquide et ceux à haute température dans un four à résistance sous atmosphère de gaz carbonique ou d'argon.

La dispersion observée sur les caractéristiques mécaniques nous a conduit à utiliser une méthode de variation cyclique de la vitesse de déformation pour étudier l'influence de ce paramètre : à chaque changement de vitesse après une déformation de l'ordre de 2 %, l'éprouvette est déchargée jusqu'à une contrainte égale au dixième de la contrainte d'écoulement.

II - RESULTATS GLOBAUX

A partir des diagrammes effort-déformation, nous obtenons les courbes corrigées ou courbes rationnelles [52] après réduction de la contrainte appliquée et de l'allongement à la section et à la déformation réelles. La correction s'effectue, en supposant le volume constant, à l'aide des formules :

$$\sigma = \sigma_0 (1 + e)$$

$$\epsilon = L_n (1 + e)$$

avec σ = contrainte vraie appliquée réellement,
 ϵ = déformation vraie ou rationnelle,
 σ_0 = contrainte rapportée à la section initiale,
 $e = \Delta l / l_0$ = allongement réparti.

Ces courbes sont représentées sur la figure 37.

De l'ensemble de ces courbes, nous déduisons les caractéristiques en traction des matériaux étudiés (tableaux XIX, XX et XXI : chaque valeur représente la moyenne de trois déterminations) :

- la limite de proportionnalité ;
- la limite conventionnelle à 0,2 % (fig. 38) ;

- la charge maximale (fig. 39) ;
- la charge de rupture ;
- l'allongement réparti (fig. 40) ;
- l'allongement à la rupture (fig. 40).

Ces résultats, que nous décrivons en détail dans les paragraphes suivants, traduisent l'action de l'yttrium. Une meilleure compréhension des phénomènes se déduit de la confrontation des différentes théories existantes. La sensibilité à la vitesse de traction, qui nécessite l'introduction d'un ou de deux coefficients représentatifs, est décrite ensuite.

III - LIMITE ELASTIQUE

A - DESCRIPTION DES RESULTATS

Dans les essais de déformation en traction à la vitesse constante de $4,17.10^{-4} \text{ s}^{-1}$, dans un domaine de température allant de 25° à 450° , nous observons (fig. 38) pour la limite élastique macroscopique une région où celle-ci conserve une valeur sensiblement constante quelle que soit la température : difficilement discernable pour l'alliage 2 (entre 240 et 270°), cette région est de largeur plus importante et ainsi plus marquée (de 150° à 300°) pour l'alliage 3, et débute dès l'ambiante dans le cas de l'alliage 4 pour se terminer à 290° .

Nous observons simultanément, en fin de ce palier, le phénomène d'écoulement plastique discontinu : très prononcé pour les alliages 3 et 4, il n'est cependant pas décelé pour l'alliage 2. Aux températures inférieures (à celles du palier), on observe une décroissance de la contrainte d'écoulement lorsque la température augmente. Un tel domaine de décroissance existe aussi aux températures supérieures : la contrainte d'écoulement tend ainsi vers une valeur proche de celle du magnésium pur.

B - INTERPRETATION DES RESULTATS

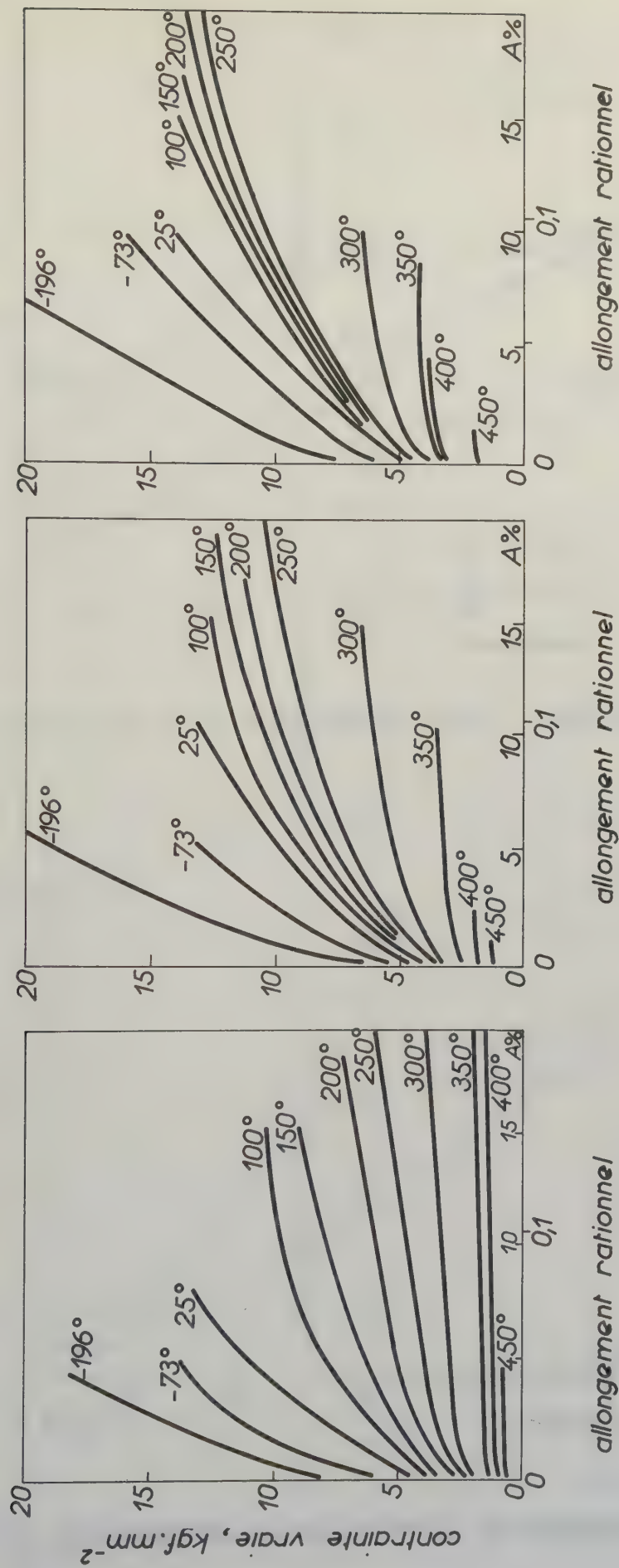
L'existence d'un domaine athermique bordé par deux domaines thermiques, le terme "thermique" servant à caractériser le mécanisme responsable de la déformation, se retrouve assez généralement dans l'étude des solutions solides. Chaque domaine correspond à un type différent d'interaction entre atomes solutés et dislocations. Pour l'alliage de plus forte teneur en yttrium, il y a en plus superposition de l'effet de précipitation, lorsque nous nous trouvons dans le domaine d'existence de deux phases et lorsque la diffusion reste appréciable, c'est-à-dire aux températures inférieures à 200° .

On considère généralement qu'une interaction à courte distance entre atomes solutés fixes et dislocations mobiles est responsable de la forte cisssion critique aux basses températures. La contrainte athermique est celle nécessaire à la propagation de la dislocation dans le champ de contrainte global édifié par les défauts ponctuels. A plus haute température, les atomes solutés commencent à se déplacer à une vitesse égale à celle des dislocations, avec installation d'une instabilité mécanique, pour finalement ne plus perturber leur déplacement lorsque la température est suffisante.

IV - DOMAINE ATHERMIQUE

A - CONTRAINTE ATHERMIQUE

La cisssion de frottement τ_p s'opposant au mouvement des dislocations est due



A - Alliage 2

B - Alliage 3

C - Alliage 4

Fig. 37.- Courbes rationnelles de traction ($\dot{\epsilon} = 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

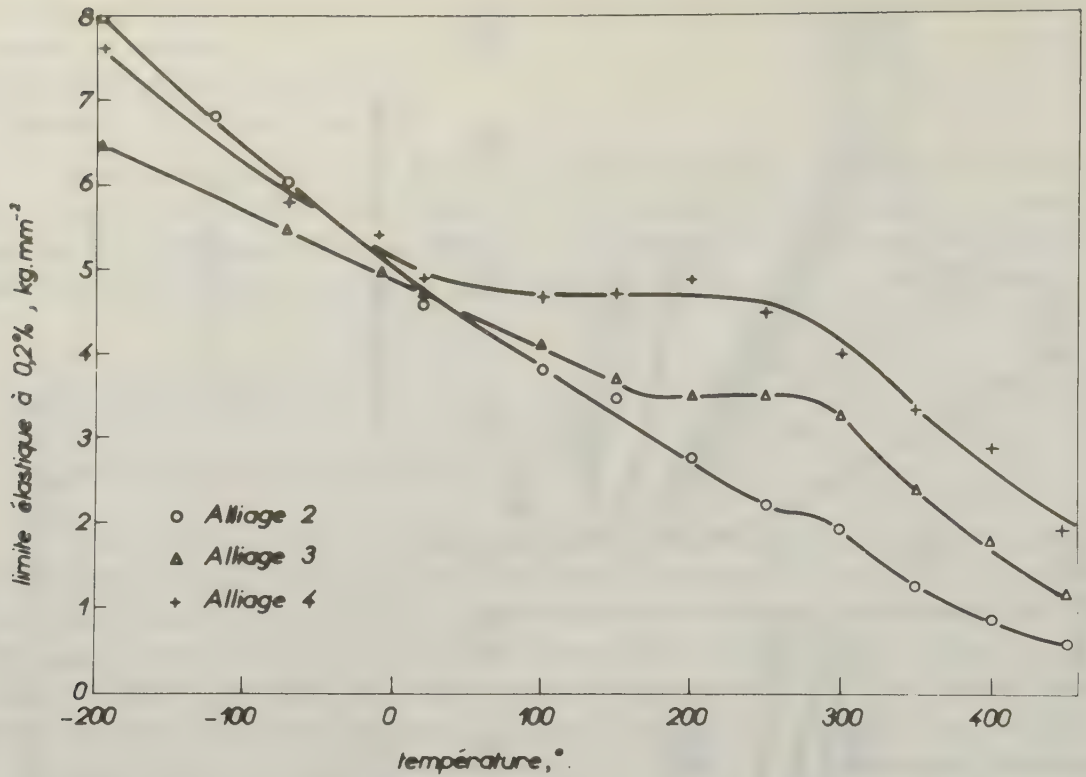


Fig. 38._ Limite conventionnelle à 0,2% en fonction de la température.

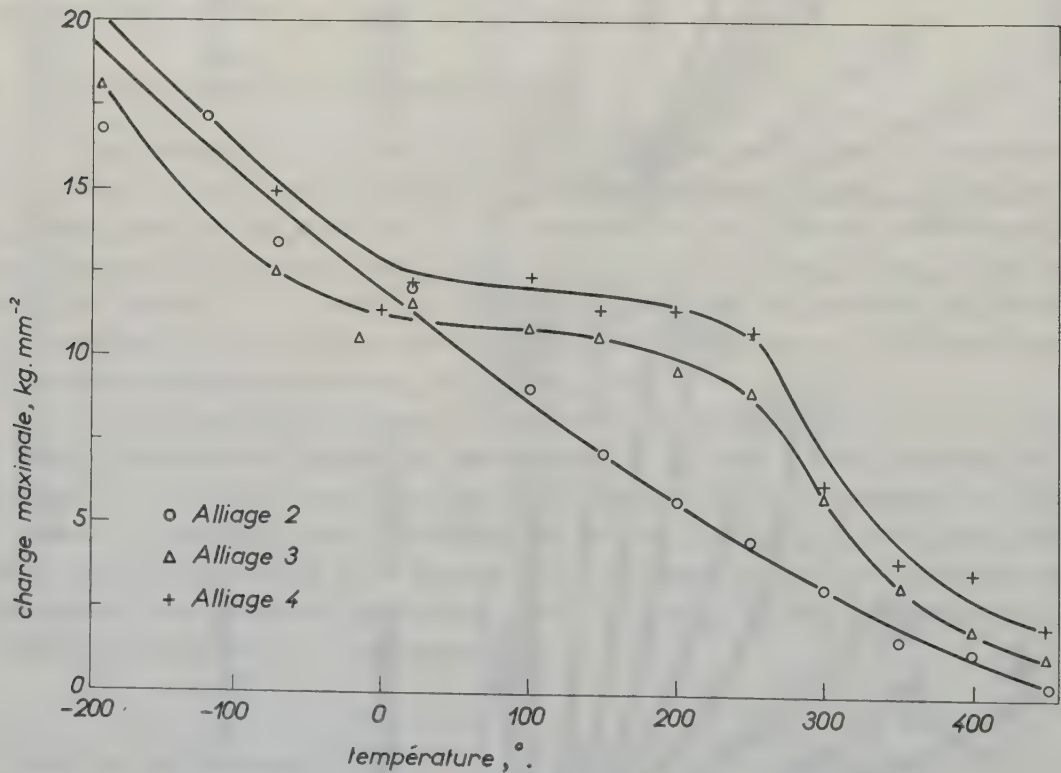
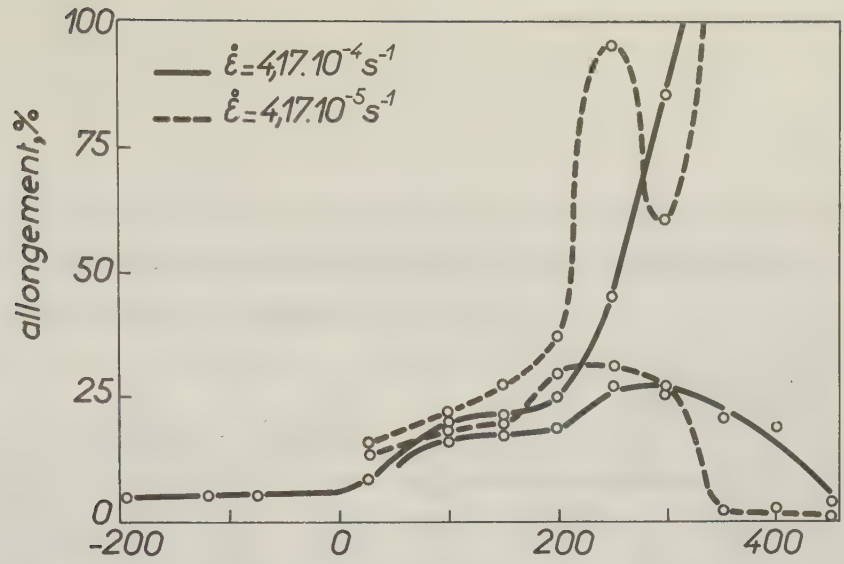
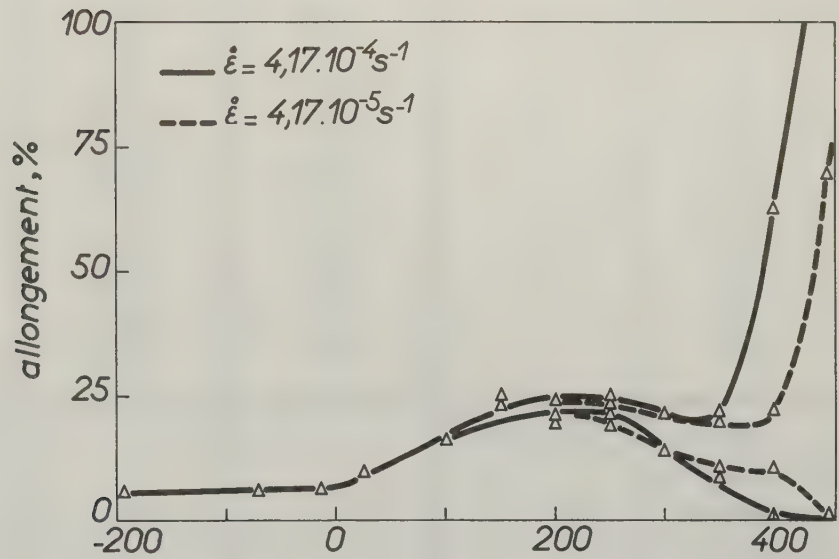


Fig. 39._ Charge maximale en fonction de la température.

A. Alliage 2



B. Alliage 3



C. Alliage 4

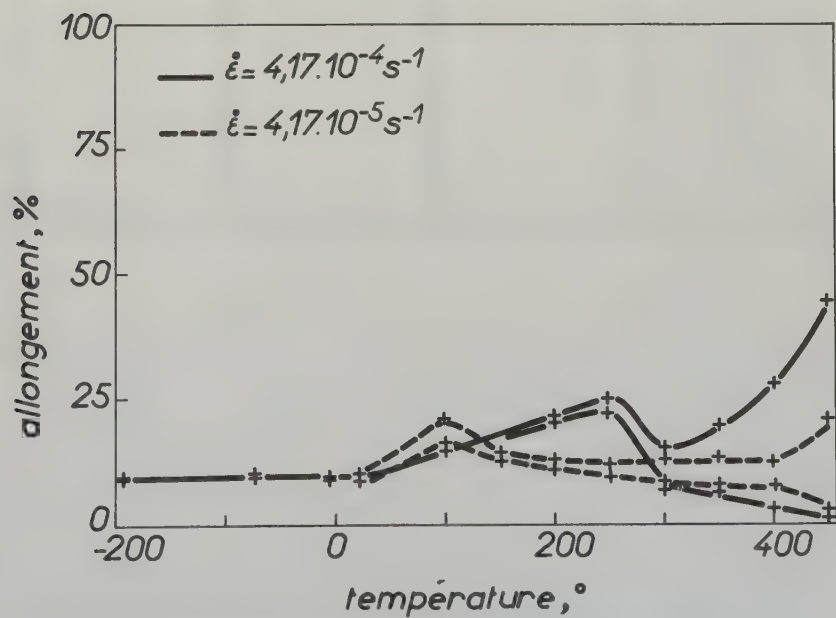


Fig. 40_. Allongement réparti et allongement à la rupture.

TABLEAU XIX - CARACTERISTIQUES MECANQUES DE L'ALLIAGE A 0,35 %
EN POIDS D'YTTRIUM (ALLIAGE 2)

Température , °	Vitesse , s ⁻¹	E ₀ , kgf. mm ⁻²	E _{0,2} , kgf. mm ⁻²	R. T. S. , kgf. mm ⁻²	A _T , %	A _T , %
- 196	4,17 10 ⁻⁴	6,4	8	16,5	5	5,1
- 120		5,3	6,8	17,3	5,3	5,4
- 73		4,8	6	13,2	5,5	5,5
25		3,4	4,5	12,0	8,5	9
100		3,0	3,8	8,9	16,5	20
150		2,6	3,5	7,0	17,	21
200		2,0	2,7	5,7	19,	25,
250		1,7	2,2	4,5	27,	45,
300		1,6	1,9	3,2	26,5	85,
350		1,0	1,25	1,63	20,5	130,5
400		0,8	0,9	1,5	19,5	144
450		0,5	0,64	0,74	4,8	200
25	4,17.10 ⁻⁵				14,9	17,7
100					17,9	21,1
150					21,	27,4
200					30,5	37
250					30,7	95
300					27,2	60
350					1,9	114
400					2	108
450					0,6	150

TABLEAU XX - CARACTERISTIQUES MECANQUES DE L'ALLIAGE A 1,5 %
EN POIDS D'YTTRIUM (ALLIAGE 3)

Température , °	Vitesse , s ⁻¹	E ₀ , kgf. mm ⁻²	E _{0,2} , kgf. mm ⁻²	R. T. S. , kgf. mm ⁻²	A _r , %	A _T , %
- 196	4,17.10 ⁻⁴	4,7	6,4	18,3	5,5	6
- 73		4,3	5,4	12,5	5,5	6
- 15		3,8	4,8	10,5	6	6,5
25		3,7	4,7	11,5	11	12
100		3,3	4,1	11,	16	17
150		3,	3,7	10,7	23	25
200		2,9	3,5	9,6	19	21,5
250		2,9	3,5	9,0	21,7	25
300		2,7	3,3	5,8	14,2	22
350		2,1	2,5	3,2	9,3	22,5
400		1,4	1,8	2,	1,	62,5
450		0,9	1,2	1,3	0,6	160
25	4,17.10 ⁻⁵				10,9	11,3
100					16,5	17,8
150					20	22,1
200					19,8	22,4
250					18	23
300					14,1	22
350					11,9	20,1
400					13	22,1
450					0	70

TABLEAU XXI - CARACTERISTIQUES MECANQUES DE L'ALLIAGE A 3,2 %
EN POIDS D'YTTRIUM (ALLIAGE 4)

Température , °	Vitesse , s ⁻¹	E ₀ , kgf. mm ⁻²	E _{0,2} , kgf. mm ⁻²	R. T. S. , kgf. mm ⁻²	A _r , %	A _T , %
- 196	4,17 · 10 ⁻⁴	6	7,6	21,2	9,5	9,5
- 73		4,8	5,9	14,8	9,8	10,3
- 5		4,4	5,4	11,2	9	9
+ 25		3,6	4,9	12,1	9	10
100		3,5	4,7	12,4	16	17
150		3,3	4,7	11,6	18	19
200		3,6	4,9	11,7	22,5	24
250		3,5	4,5	10,8	22	25
300		3,4	4,0	6	9,8	15,1
350		2,4	3,3	3,9	6,5	20
400		1,9	3,1	3,7	3,7	28
450		1,4	1,9	2,1	0,7	42
25	4,17 · 10 ⁻⁵				8,7	9,5
100					15,1	21,6
150					12,5	14,2
200					11,	12,8
250					9,5	12,1
300					5,8	10,2
350					7,1	10,4
400					7,0	12,6
450					2,8	21,2

aux atomes en substitution et s'obtient en tenant compte des diverses interactions possibles : interaction due à l'effet de taille et de module, interaction due à un effet d'ordre à courte distance, ou interaction de nature chimique. La détermination de l'interaction principale s'effectue d'après la relation entre τ_p et la concentration atomique c du soluté.

α) Effet de taille et de module

Un premier calcul a été effectué par N.F. MOTT et F.R.N. NABARRO [53] qui considèrent une contrainte moyenne. R.L. FLEISCHER [54] au contraire, considère que la contrainte d'écoulement doit correspondre à la valeur maximale des forces qui s'exercent sur les dislocations pendant leur mouvement. Le modèle de N.F. MOTT et F.R.N. NABARRO a été ensuite modifié par J. FRIEDEL [55] qui propose une autre distribution spatiale de ces maxima. On a ainsi pour ces divers modèles :

- N.F. MOTT et F.R.N. NABARRO [53] : $\tau_p = \mu \epsilon_b^2 c$ pour une dislocation rigide

$$\tau_p = A \mu \epsilon_b^{4/5} c \left\{ \begin{array}{l} A \approx 1 \text{ pour } c \approx 10^{-1} \\ A \approx 2 \text{ pour } c \approx 10^{-3} \end{array} \right\} \text{ pour une dislocation flexible}$$
- R.L. FLEISCHER [54] : $\tau_p = Z \mu \epsilon^{3/2} c^{1/2} \left\{ Z = \text{constante} = \frac{1}{760} \right\}$
- J. FRIEDEL [55] : $\tau_p = \frac{1}{4} \mu (\epsilon_b c)^{4/3}$

avec μ = module de COULOMB = $1,75 \cdot 10^{11}$ dynes.cm⁻²

et ϵ = paramètre de distorsion = $|\epsilon_\mu - \alpha \epsilon_b|$

β) Effet d'ordre à courte distance

Suivant l'exemple de P.A. FLINN [56], on trouve [57] pour la cisssion nécessaire à la destruction de l'ordre local :

$$\tau_p = \frac{16 (m_A m_B)^2 \nu^2}{\sqrt{3} a^3 kT}$$

avec m_A, m_B = fractions molaires des composants A et B : ν = énergie d'ordre ;
 a = paramètre du réseau.

Cette cisssion est proportionnelle au carré de la concentration, lorsque l'on suppose que le degré d'ordre est celui existant en fin de palier et qu'il est conservé aux températures inférieures, la diffusion n'étant pas alors suffisante pour le détruire.

γ) Effet chimique

Cet effet, plus particulièrement étudié par H. SUZUKI [58], fournit des interactions relativement faibles s'exerçant sur de courtes distances. La contrainte supposée également athermique, nécessaire pour déplacer les dislocations dissociées limitant une faute d'empilement saturée en atomes solutés est donnée par :

$$\tau_p = c (1 - c) \frac{V \cdot (\gamma_b - \gamma_a)^2}{2h b k T}$$

avec γ_b, γ_a = énergies de faute d'empilement dans les métaux B et A purs ; $2h$ = hauteur de la faute ; V = volume molaire supposé indépendant de la faute. Généralement, cet effet provoque l'apparition d'un crochet de traction, comme le ferait également un nuage d'atomes

solutés constitué autour de la dislocation sous l'action de l'effet de taille.

Nous constatons ici (fig. 41) que la variation de la cission critique en fonction de la racine carrée de la concentration est linéaire. La cission critique τ_0 que nous obtenons par extrapolation à la concentration nulle, soit :

$$\tau_0 = 0,2 \text{ kgf.mm}^{-2}$$

est celle du magnésium pur polycristallin. La pente de la droite nous donne pour le paramètre de distorsion :

$$\epsilon = \epsilon_\mu - \alpha \epsilon_b = 2,8$$

où $\epsilon_\mu = \frac{1}{\mu} \frac{d\mu}{dc}$ n'est pas connu ; $\epsilon_b = \frac{1}{b} \frac{db}{dc}$ est pris égal à la variation relative des diamètres atomiques, soit $\epsilon_b = 0,131$; $\alpha = 16$ pour les dislocations coins et $\alpha = 3$ pour les dislocations vis. Si l'on suppose raisonnablement une valeur de ϵ_μ du même ordre de grandeur que celle de ϵ_b , la contrainte d'écoulement apparaît contrôlée par les dislocations coins. L'effet de module jouerait ainsi un rôle important dans le durcissement de ces alliages. Notons que cet effet de module est lié à la structure électronique dont l'aspect macroscopique se traduit par une résistivité très élevée (chapitre IV).

La littérature nous fournit peu de données sur les contraintes d'écoulement d'alliages de magnésium [59], [60], [61] [62], [63], [64] : un tel palier athermique a été trouvé pour un alliage polycristallin Mg-Th à 0,5 % en poids de thorium [60] ($\epsilon_b = -0,13$), pour un alliage monocristallin Mg-Li à 12,5 at. % de Li [59] ($\epsilon_b = -0,05$) et, récemment, pour des alliages monocristallins Mg-Cd [61] ($\epsilon_b = -0,07$, $\epsilon_\mu = -0,40$). L'effet de taille est rendu responsable du durcissement de l'alliage Mg-Th ; l'effet d'ordre à courte distance de celui de l'alliage Mg-Li. P. HAASEN [61] considère trois stades de durcissement dans les alliages Mg-Cd : le premier stade (aux faibles concentrations) est celui du durcissement par les dislocations fraîches ($\tau_p = \alpha \mu b \rho^{1/2}$ [65]) ; le deuxième stade est dû à l'effet de taille, tandis qu'à plus forte concentration un effet d'ordre à courte distance entraîne un durcissement supplémentaire. L'effet de taille seul pourrait rendre compte de cette variation de cission en prenant pour exposant de la concentration 2/3.

Lorsque l'on essaie de comparer ces différents résultats, on constate que dans le cas des alliages Mg-Y et de l'alliage Mg-Th, un premier durcissement provient de la nature polycristalline du matériau (la contrainte d'écoulement du monocristal est multiplié par 10 environ) : ce durcissement est dû à la propagation du glissement d'un grain à un autre. La variation du durcissement en fonction de la concentration est plus importante pour les alliages Mg-Y que pour les alliages Mg-Cd : ceci s'explique par les valeurs différentes du facteur de taille. Par contre, pour l'alliage Mg-Th qui possède un facteur de taille identique à celui de l'alliage Mg-Y, la contrainte d'écoulement plus élevée pourrait être provoquée par la présence de précipités.

Des résultats relatifs à d'autres systèmes binaires seront nécessaires avant de pouvoir faire la part des diverses interactions possibles. L'étude devrait être facilitée par l'emploi de monocristaux ; mais, dans les alliages Mg-Y, l'absence de recristallisation et la valeur élevée du coefficient de partage liquide-solide compliquera l'élaboration de tels monocristaux.

B - LIMITES DU DOMAINE ATHERMIQUE

Le début du palier athermique se produit lorsque le mécanisme responsable de la déformation à basse température se produit spontanément sans aide de la contrainte. Ce mécanisme est étudié au paragraphe suivant. Vers les hautes températures, la diffusion

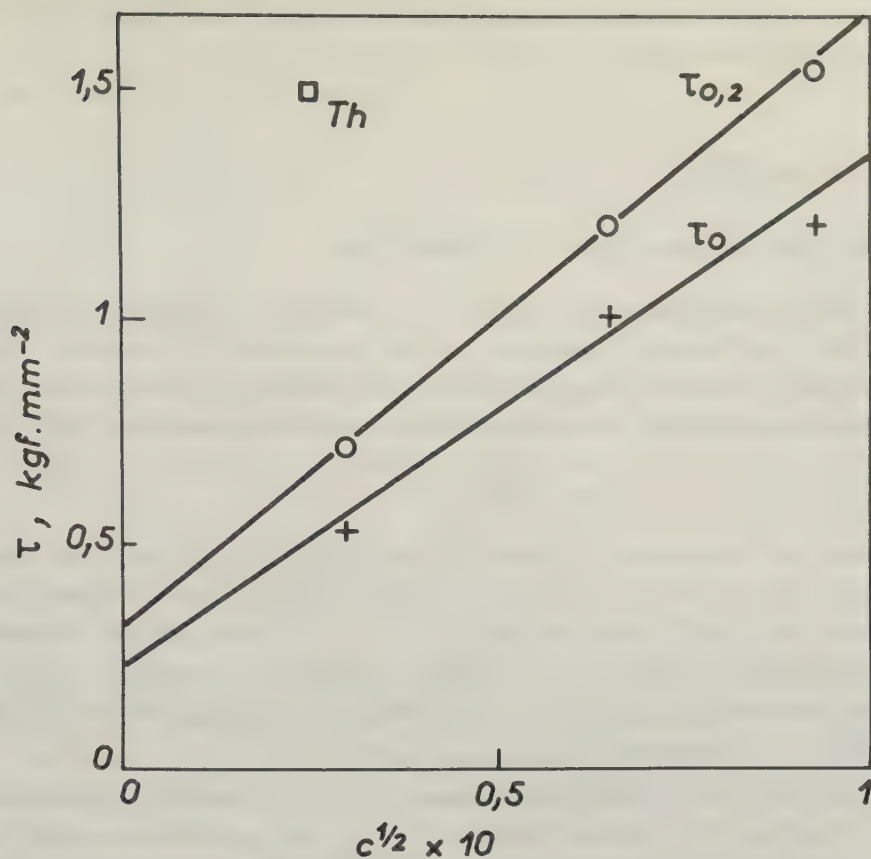


Fig. 41.— Variation de la cission athermique en fonction de la concentration atomique .

Alliage	$\tau, \text{kgf. mm}^{-2}$		$c, \text{at. } 10^{-2}$	$c^{1/2}, 10^{-1}$
	τ_0	$\tau_{0,2}$		
2	0,5	0,7	0,09	0,3
3	1	1,2	0,43	0,65
4	1,2	1,5	0,87	0,93
-Th		1,5	0,06	0,25
-Li	0,6		12,5	3,5
Cd	0,078		0,02	0,14
	0,089		0,1	0,31
	0,108		0,4	0,63
	0,185		2,4	1,55
-	0,040		0	0

devient appréciable et les solutés ne peuvent plus être considérés comme immobiles. Ce comportement est étudié au chapitre VIII.

V - DOMAINES THERMIQUES

A - PARAMETRES REGISSANT LA DEFORMATION

Lorsque la déformation plastique est contrôlée par un seul mécanisme activé thermiquement [66] ou lorsque le mouvement des dislocations en présence d'obstacles au glissement qui diffèrent dans leur force d'interaction (spectres d'obstacles) est thermiquement activé [67], la vitesse relative de cisaillement $\dot{\gamma}$ est donnée par une équation d'ARRHENIUS :

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \exp - \frac{\Delta G}{kT} \dots \dots (6 - 1)$$

- $\dot{\gamma}_0$ est un facteur de fréquence qui dépend du nombre et de l'arrangement des dislocations et de leur fréquence de vibration ; $\dot{\gamma}_0 = N A b \nu$, N étant le nombre d'obstacles par unité de volume, pouvant être franchis par activation ; A la surface balayée à chaque fluctuation réussie, ν la fréquence de vibration du segment de dislocation intéressé, b le vecteur de BÜRGERS de cette dislocation. Ce facteur ne dépend pas, ou très peu, de la température, mais peut dépendre de la contrainte.

- ΔG est l'enthalpie libre de GIBBS du processus [66] ou l'enthalpie libre d'activation moyenne [67], fonction de la cission efficace τ_e . τ_e est la différence entre la cission appliquée τ et la composante athermique τ_μ , caractéristique de l'état de l'échantillon, qui varie avec la température comme le module de COULOMB. La variation de τ_μ avec T est négligée, ce qui est justifié par la forte variation de τ avec la température :

$$\tau_e = \tau - \tau_\mu \dots \dots (6 - 2)$$

Ainsi, à basse température, τ_μ représente la cission nécessaire pour surmonter les contraintes à longue distance introduites par les atomes solutés près d'une dislocation coin et s'identifie avec τ_p ; τ_e est la composante thermique de la cission nécessaire pour surmonter les contraintes à courte distance des solutés sur la dislocation coin. A haute température, τ_μ n'est pas atteint dans nos essais, mais doit être très faible et sera prise égale à zéro.

L'équation (6 - 1) décrit donc la dépendance de τ avec T et $\dot{\gamma}$. De cette expression, on déduit l'enthalpie d'activation ΔG :

$$\Delta G = - kT^2 \frac{\left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_{\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0} - \frac{\tau}{\mu} \frac{\partial \mu}{\partial T}}{\left(\frac{\partial \tau}{\partial \ln \dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0} \right)_T \left(1 - \frac{T}{\mu} \frac{\partial \mu}{\partial T} \right)}$$

qui, lorsque μ ne varie pas ou très peu, avec la température, s'écrit :

$$\Delta G = - kT^2 \left(\frac{\partial \tau_e}{\partial T} \right)_{\dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0} \left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0}{\partial \tau} \right) = \left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma}/\dot{\gamma}_0}{\partial \tau} \right)_{1/kT} \dots (6 - 3)$$

et s'identifie alors avec la chaleur d'activation ΔH , souvent désignée par U, "énergie d'activation thermique". On définit également un autre paramètre, le volume d'activation $V^\ddagger$:

$$V = k T \left(\frac{\partial \ln \dot{\gamma} / \dot{\gamma}_0}{\partial \tau} \right)_T$$

Ces quantités sont reliées par les relations :

$$V = - \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_e} \right)_T ; \quad \Delta G = - V T \left(\frac{\partial \tau_e}{\partial T} \right)_{\dot{\gamma} / \dot{\gamma}_0}$$

a) Volume d'activation

Nous déterminons expérimentalement le volume d'activation par la méthode de variation cyclique de la vitesse, la température restant fixe. Nous supposons qu'au cours du changement de vitesse de déformation, la structure du matériau ne varie pas ($\dot{\gamma}_0 = \text{constante}$). On a alors :

$$V = kT \left(\frac{\ln \dot{\gamma}_2 / \dot{\gamma}_1}{\tau_2 - \tau_1} \right)_T$$

T est la température à laquelle l'essai est effectué, τ_2 et τ_1 les cisssions pour les vitesses de cisaillement $\dot{\gamma}_2$ et $\dot{\gamma}_1$ correspondant aux vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_1 = 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_2 = 4,17 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ou $4,17 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Nous obtenons ainsi les volumes d'activation pour deux vitesses moyennes, voisines de $\dot{\epsilon}_1$, à l'aide de la relation :

$$V = 3 kT \left(\frac{\ln \dot{\epsilon}_2 / \dot{\epsilon}_1}{\sigma_2 - \sigma_1} \right) = \frac{9,5 T}{\sigma_2 - \sigma_1} \text{ Å}^3 \cdot \text{atome}^{-1}$$

Les résultats sont représentés sur les figures 42, 43 et 44 pour divers taux de déformation. Nous constatons qu'il existe trois domaines de variation du volume d'activation avec la température. Ces domaines sont liés à ceux précédemment reportés pour la limite élastique :

- Dans le domaine athermique, le "volume d'activation" qui n'existe plus, mais qui traduit l'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte d'écoulement, prend des valeurs nulles ou négatives pour les alliages 3 et 4, et passe par un maximum pour l'alliage 2. Le "volume" augmente alors avec le taux de déformation.

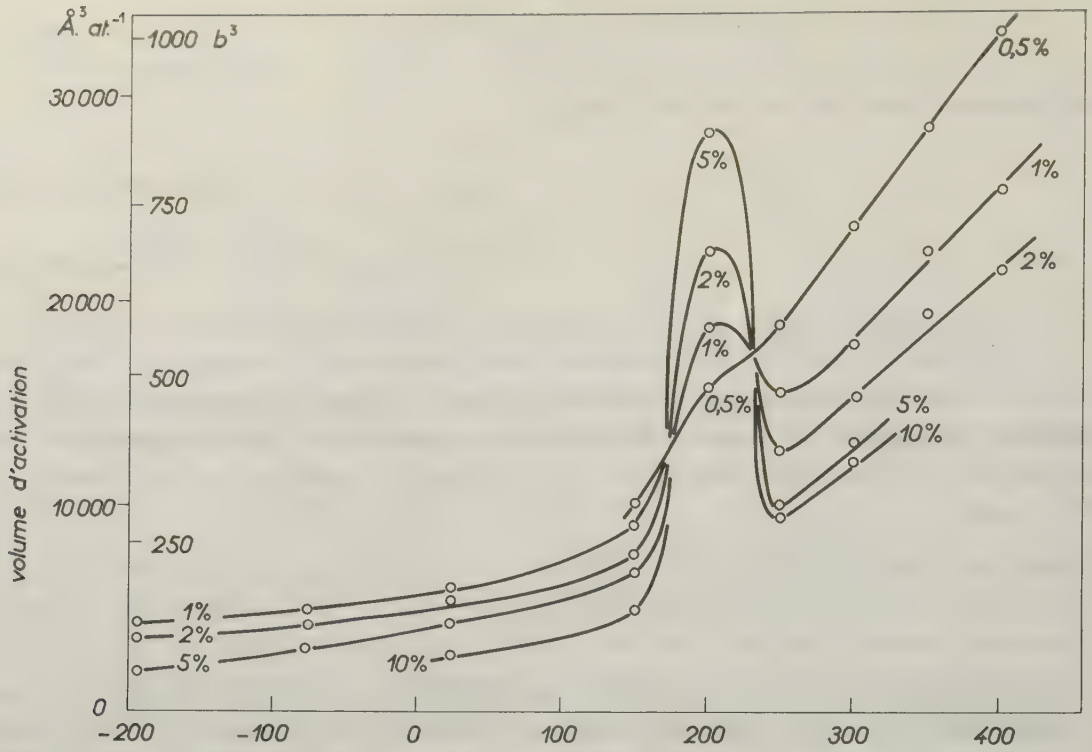
- De chaque côté du domaine athermique, le volume décroît. Il augmente par la suite à haute température. Le volume d'activation diminue lorsque le taux de déformation augmente.

La figure 45 représente la variation du volume d'activation en fonction de la cisssion efficace τ_e à haute et basse température. Ce volume dépend de la vitesse : il augmente lorsque la vitesse diminue à basse température. Son évolution est en sens inverse et moins marquée à haute température.

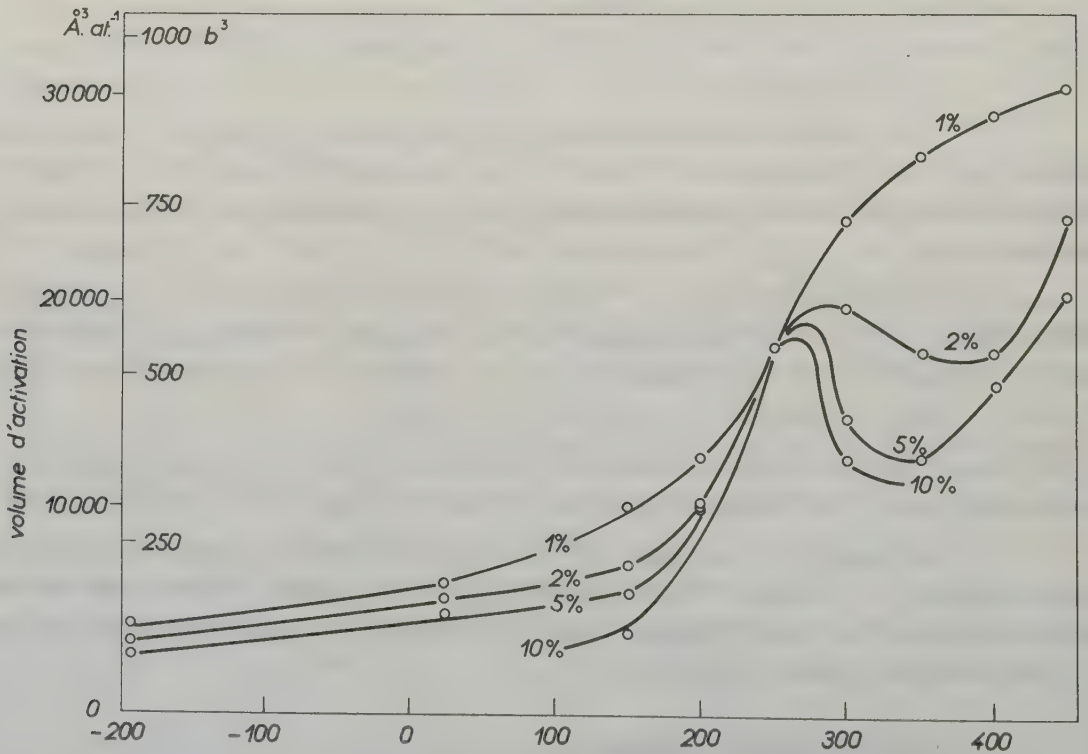
b) Enthalpie libre d'activation

Nous déterminons l'enthalpie d'activation à l'aide de la formule (83) qui s'écrit également :

$$\Delta G = - kT^2 \left(\frac{\partial \sigma}{\partial T} \right)_{\dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0} \left(\frac{\ln \dot{\epsilon}_2 / \dot{\epsilon}_1}{\sigma_2 - \sigma_1} \right)_T = - \frac{T}{3} V \left(\frac{\partial \sigma}{\partial T} \right)_{\dot{\epsilon}_1 / \dot{\epsilon}_0} \dots (6-3b)$$

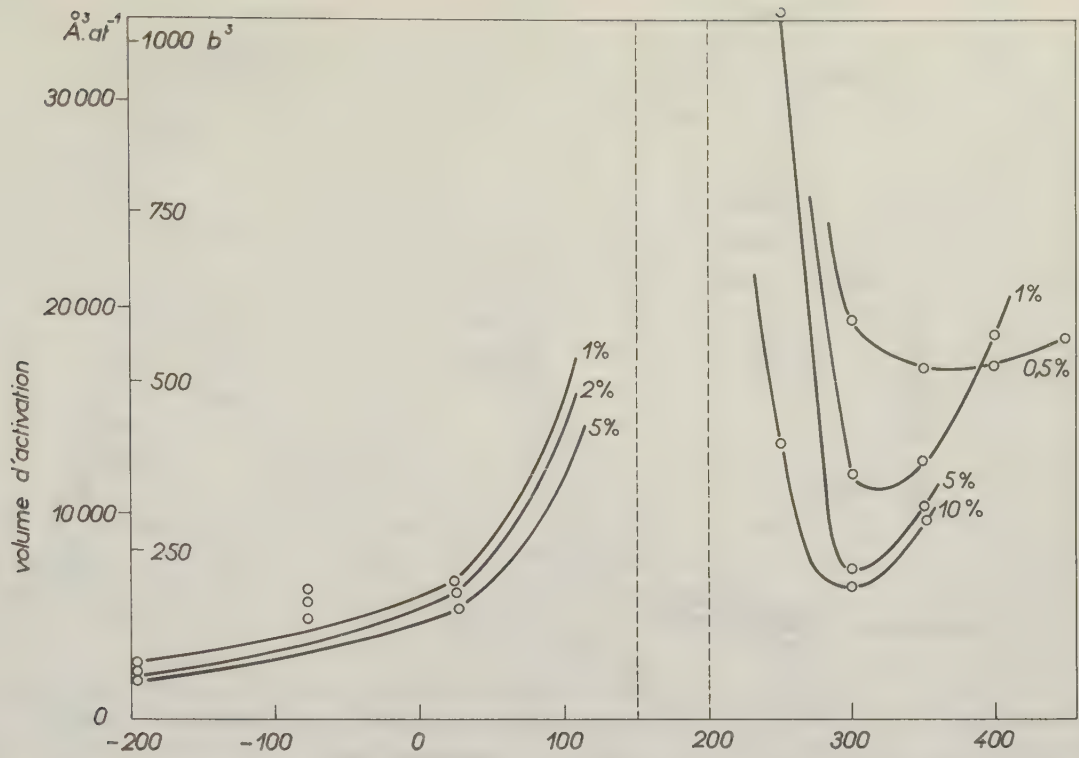


A. $\dot{\epsilon} : 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} - 4,17 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ température, $^{\circ}$.

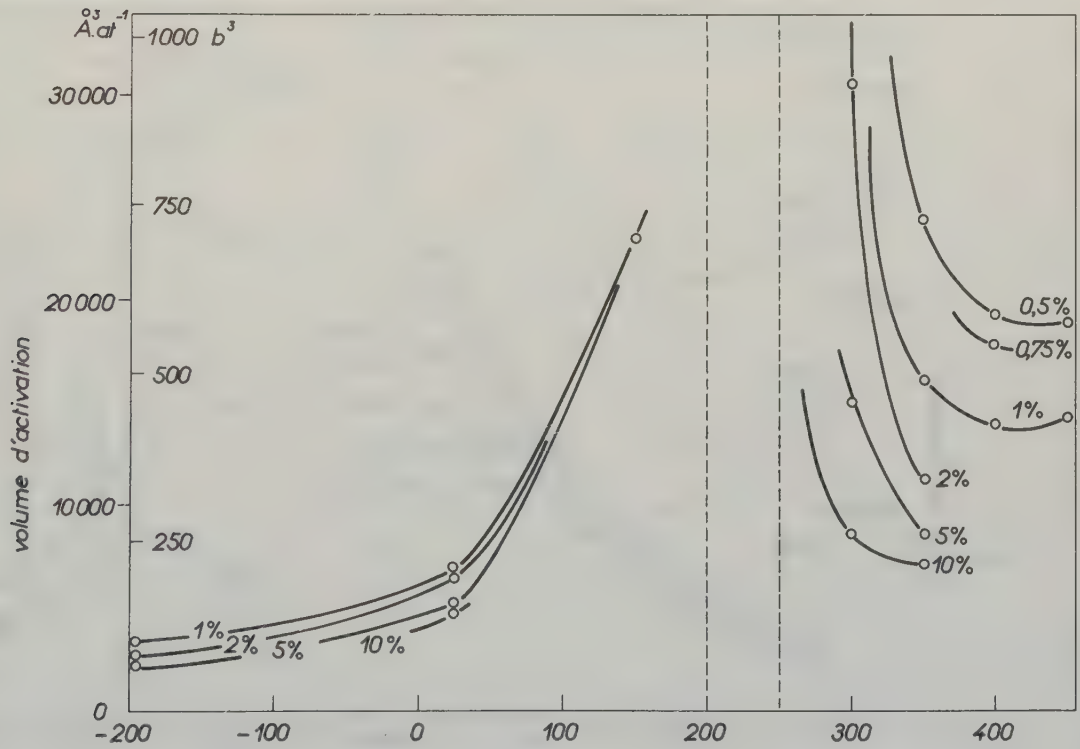


B. $\dot{\epsilon} : 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} - 4,17 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ température, $^{\circ}$.

Fig. 42. — Volume d'activation fonction de la température et du taux de déformation pour l'alliage 2.

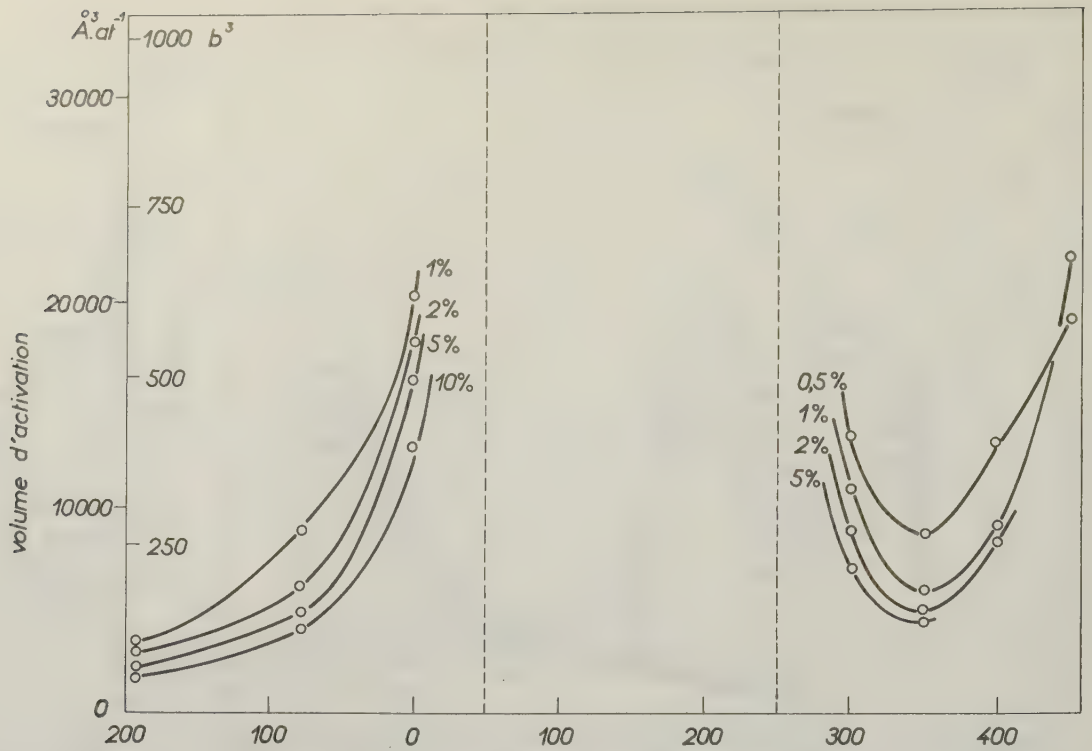


A. $\dot{\epsilon} : 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} - 4,17 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ température, $^\circ$

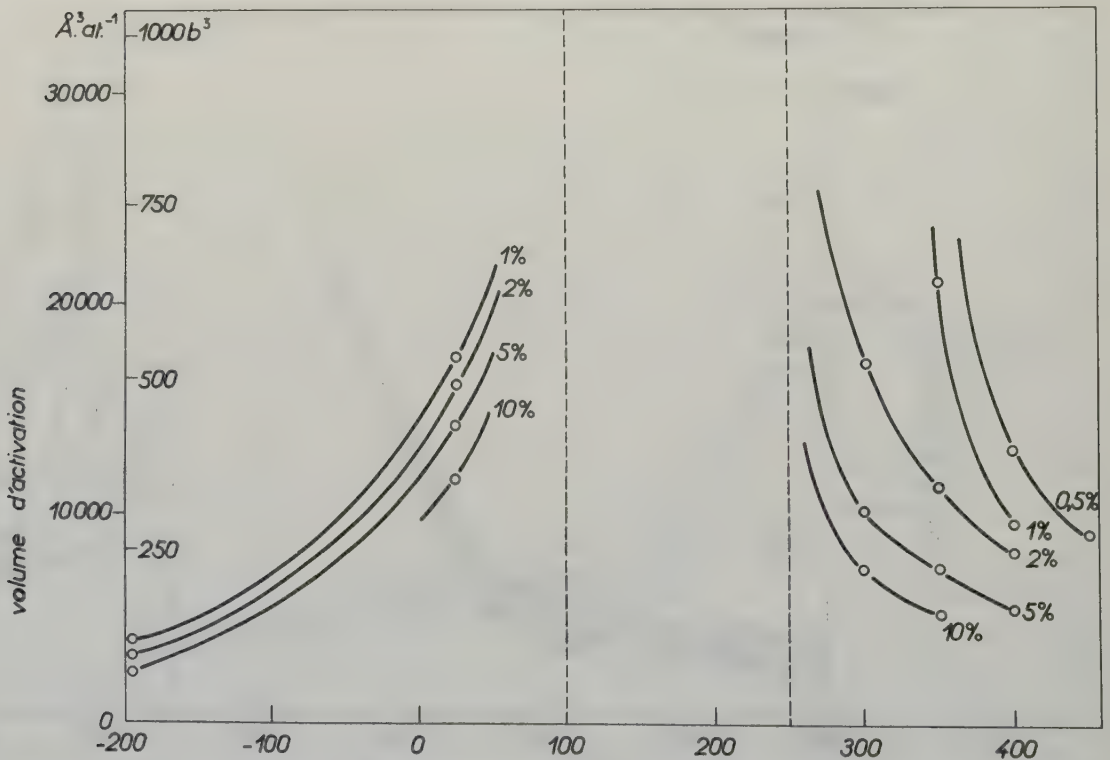


B. $\dot{\epsilon} : 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} - 4,17 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ température, $^\circ$

Fig. 43. — Volume d'activation fonction de la température et du taux de déformation pour l'alliage 3.

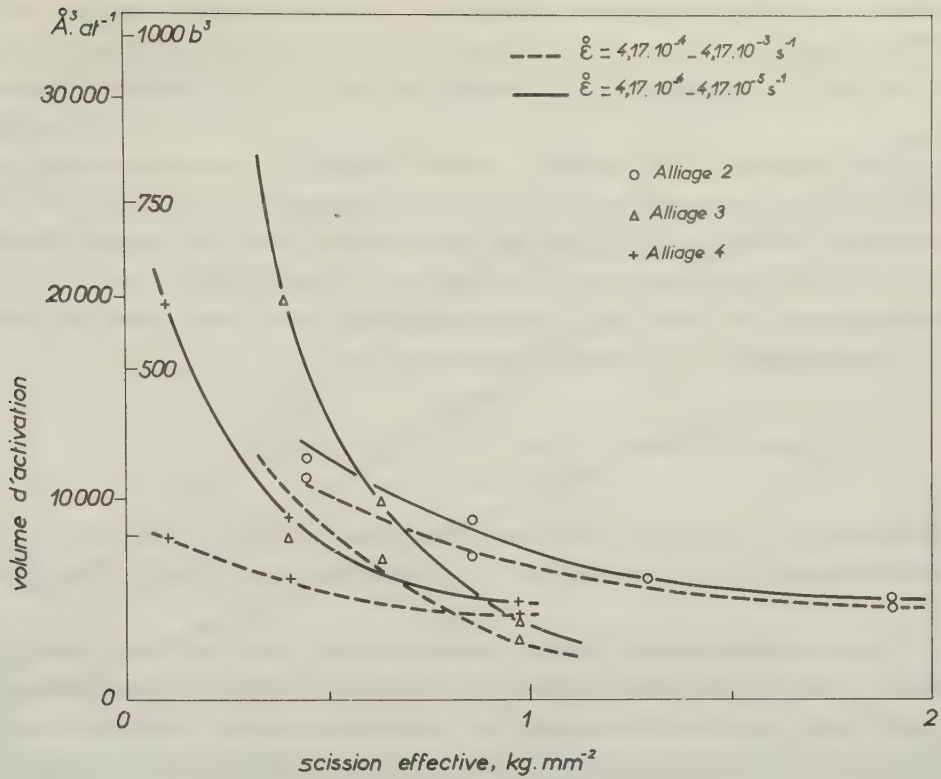


A. $\dot{\epsilon} : 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} - 4,17 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ température, °.

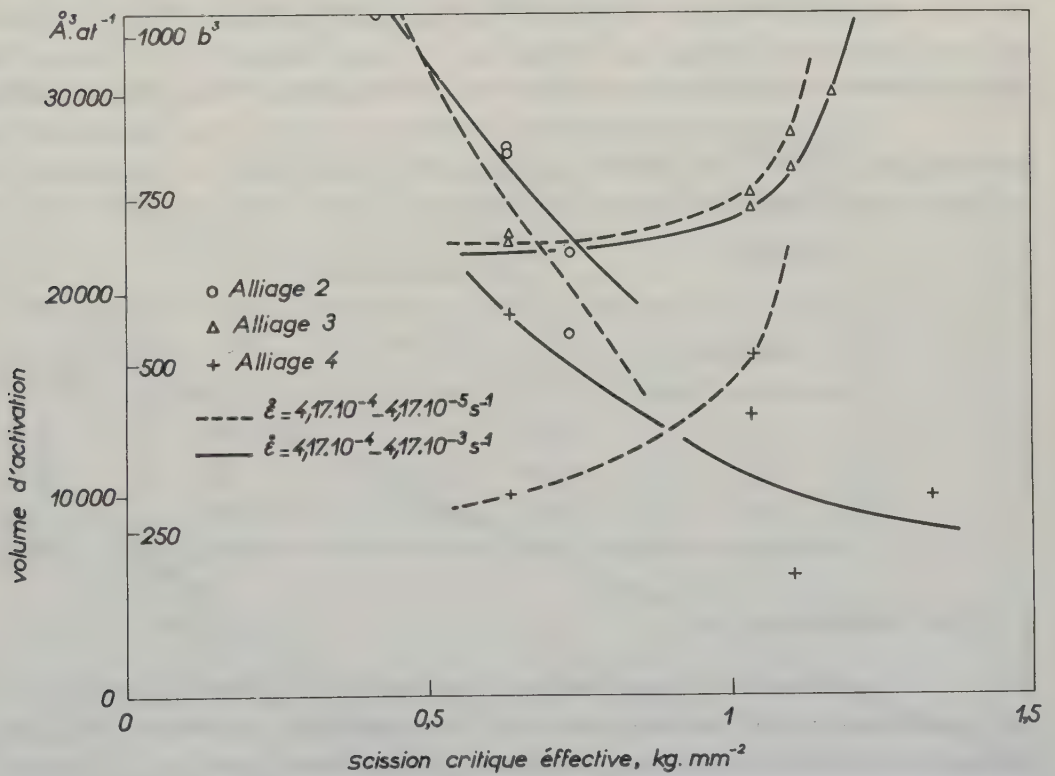


B. $\dot{\epsilon} : 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1} - 4,17 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ température, °.

Fig. 44. - Volume d'activation fonction de la température et du taux de déformation pour l'alliage 4.



A. Basse température



B. Haute température

Fig. 45. – Volume d'activation fonction de la scission critique effective

La variation de τ (ou pratiquement celle de $\tau_{0,2}$) avec la température à la vitesse de $4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ nous est donnée par la figure 38. Le volume d'activation qui intervient est la moyenne de deux extrapolations à la déformation de 0,2 % des déterminations effectuées précédemment.

L'enthalpie ainsi calculée à basse température est représentée sur la figure 46. Nous constatons que sa variation en fonction de la température est linéaire, excepté au voisinage du domaine athermique où le volume d'activation prend une valeur anormalement élevée par suite de la faible influence de la vitesse sur la contrainte, et où la variation de la cisssion avec la température est faible. La déformation obéit donc bien à une loi d'ARRHENIUS, avec un facteur préexponentiel $\dot{\gamma}_0$ constant (équation 6 - 1) :

$$\Delta G = k T \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}} \dots \quad (6 - 1^b)$$

A haute température, la valeur anormalement élevée du volume d'activation au voisinage du domaine athermique ne nous permet pas de déterminer la variation de ΔG avec la température.

En extrapolant les droites représentatives de la variation de ΔG avec T , à la température T_0 où le phénomène commence à être athermique, nous obtenons la valeur ΔG_0 de l'enthalpie libre du processus lorsque la contrainte efficace n'agit plus, c'est-à-dire lorsque les obstacles sont franchis uniquement sous l'effet de l'agitation thermique (tableau XXIII). De même, la pente de ces droites nous permet de déterminer le facteur de fréquence $\dot{\gamma}_0$, supposé constant, en prenant pour vitesse relative de cisaillement la vitesse correspondant à la déformation globale de l'échantillon, bien que cette vitesse de cisaillement décroît continuellement au cours de l'essai de traction par suite de l'élasticité de la machine. Remarquons que cette hypothèse entraîne une erreur sur la valeur absolue de $\dot{\gamma}_0$ et non sur sa valeur relative entre les alliages qui présentent une consolidation sensiblement identique.

La figure 47 représente la variation de ΔG avec la cisssion efficace τ_e pour les trois alliages. Nous en déduisons la cisssion τ_{e0} , pour $\Delta G = 0$, nécessaire à la propagation des dislocations lorsque l'agitation thermique est nulle, c'est-à-dire à 0 K (tableau XXII).

TABLEAU XXII

Alliage	T_0 , K .	ΔG_0 , eV	$\dot{\gamma}_0$, s^{-1}	τ_{e0} , $\text{kg} \cdot \text{mm}^{-2}$
2	535	1,1	$2,12 \cdot 10^8$	2,25
3	448	0,7	$7 \cdot 10^4$	1,05
4	343	1,0	$1,75 \cdot 10^{12}$	1,15

B — DISCUSSION

L'ensemble de ces résultats nous permet de conclure qu'à basse température un seul mécanisme activé thermiquement est responsable du mouvement des dislocations. La variation du volume d'activation, de l'énergie d'activation avec τ_e , le facteur de fréquence $\dot{\gamma}_0$ supposé constant, l'énergie ΔG_0 et la cisssion τ_{e0} constituent les paramètres de ce mécanisme. Leur connaissance nous permettra d'identifier ce processus. Par contre, à haute température, ces paramètres sont inconnus et l'interprétation est rendue plus difficile.

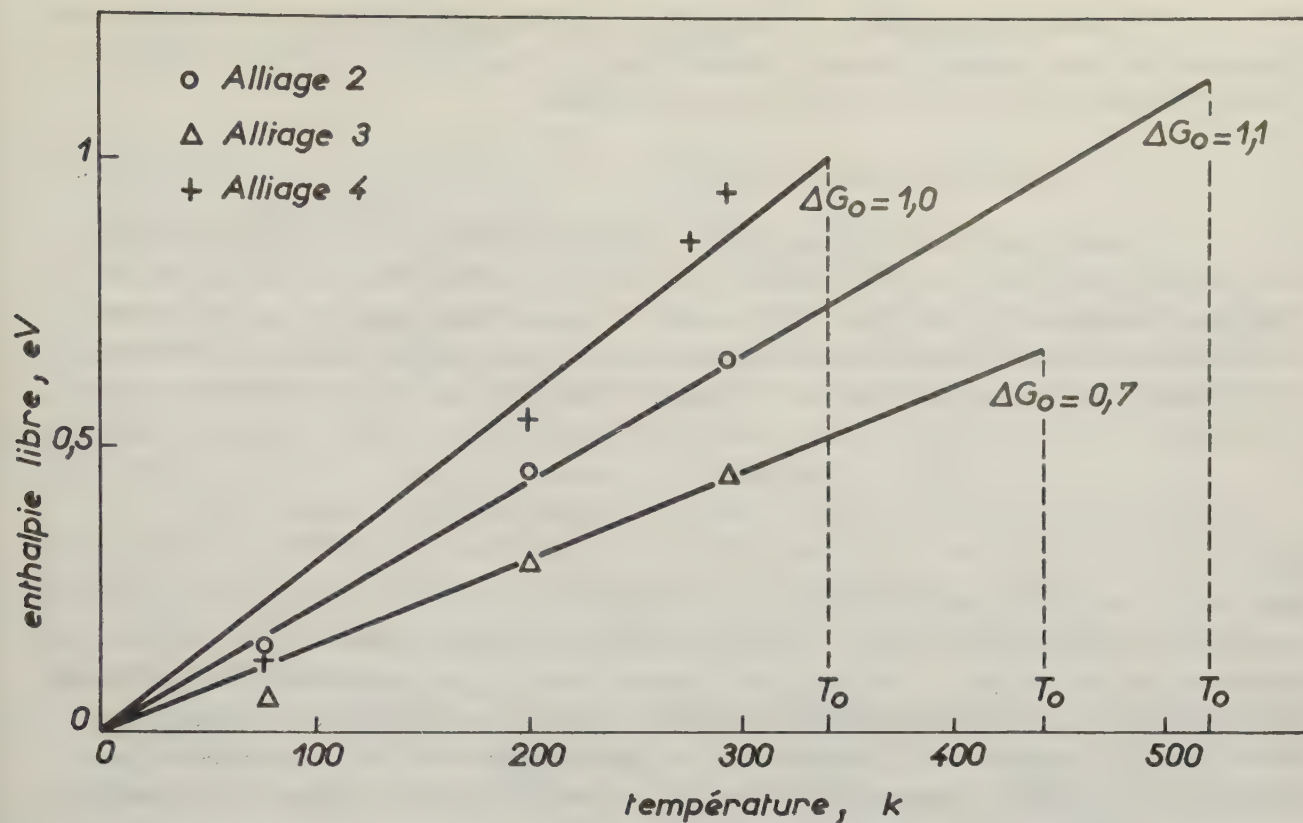


Fig.46.— Enthalpie libre ΔG en fonction de la température.

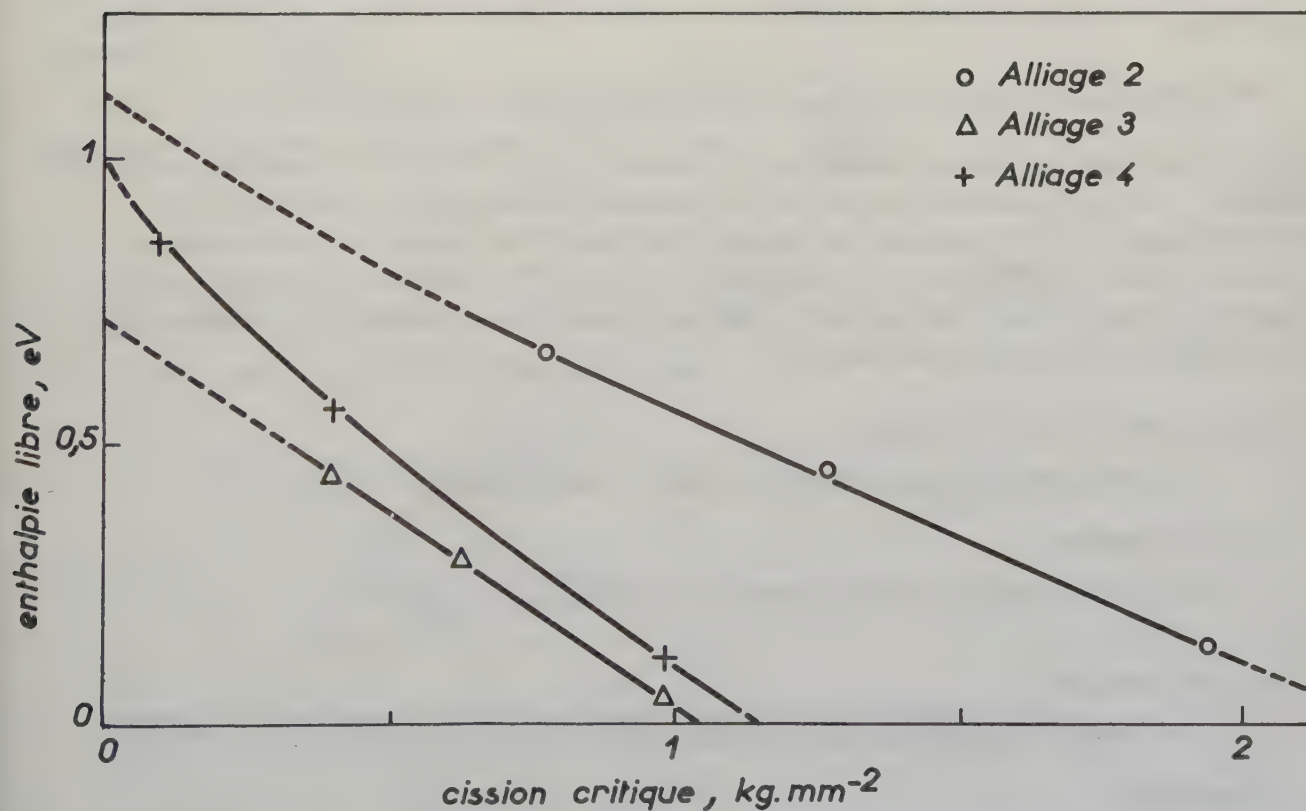


Fig.47.— Enthalpie libre ΔG en fonction de la cission critique effective T_e .

a) Durcissement de solution solide

A basse température, les obstacles au mouvement des dislocations peuvent être constitués par les atomes d'yttrium en solution solide, c'est-à-dire répartis au hasard, ou rassemblés dans des amas qui peuvent être des précipités.

 α) Modèles de la solution solide

Dans le cas des solutions solides, seuls les modèles de A.H. COTTRELL et B.A. BILBY [68], de R.L. FLEISCHER [69, 70] et J. FRIEDEL [55] reposent sur la théorie des interactions défaut-dislocation. Les autres modèles [53, 71, 72, 73] sont formulés par intuition. Il existe ainsi plusieurs formes de la relation force F - distance x et de l'énergie d'activation ΔU des divers potentiels d'interaction qui s'en déduisent par la relation :

$$\Delta U = \int_{X_1}^{X_2} [F(X) - F_a] dX$$

où F_a est la force appliquée et X_1 et X_2 sont donnés par $F_a = F(X_1) = F(X_2)$. $(X_2 - X_1)$ représente "la distance d'activation". Une critique de ces diverses théories a été faite récemment par KANJI ONO [74] (fig. 48 ; tableau XXIII). Cet auteur insiste en particulier sur la difficulté du choix d'un modèle uniquement d'après le type de variation de la cisssion efficace avec la température. L'identification des autres paramètres de la déformation peut justifier un choix. Nous remarquons que ceux-ci ont une signification physique. Les modèles correspondant peuvent être classés en deux catégories.

Dans la première catégorie, nous considérons les modèles qui sont basés sur la notion de "surface d'activation" [66, 67]. L'énergie apportée par agitation thermique s'écrit dans ce cas :

$$\Delta G = \Delta G_0(\tau_e) - l(\tau_e) d(\tau_e) b \tau_e = \Delta G_0(\tau_e) - v(\tau_e) \tau_e \quad (6 - 4)$$

$v(\tau_e) \tau_e$ représente le travail effectué par la contrainte τ_e au cours du franchissement de la barrière ; $l(\tau_e)$ représente la longueur du segment de dislocation impliquée dans le franchissement ; $d(\tau_e)$ représente la distance sur laquelle se produit ce franchissement ; b est le vecteur de BURGERS de la dislocation ; $l(\tau_e) d(\tau_e)$ représente ainsi la surface d'activation. Dans le cas d'une solution solide de concentration atomique c , la distance l prend diverses formes selon les auteurs :

- N.F. MOTT et F.R. NABARRO

cas d'une dislocation rigide (interaction à longue distance) : $l = b c^{-1/3}$

- R.L. FLEISCHER

cas d'une dislocation rigide (interaction faible) : $l = b.(c\theta)^{-1/2}$
 $\theta \approx 1^\circ$ ou 2°

- R.L. FLEISCHER

cas d'une dislocation flexible (interaction forte) : $l = b.(2c)^{-1/2}$ ou $b.(3c)^{-1/2}$

- J. FRIEDEL

cas d'une dislocation rigide (interaction à courte distance localisée dans le plan de glissement) : $l_1 = b.c^{-1/2}$

- J. FRIEDEL

$$\text{cas d'une dislocation flexible : } \ell = \left(\frac{2b E_\ell}{\tau_e c} \right)^{1/3} = \left(\frac{2 \ell_1^2 E_\ell}{\tau_e b} \right)^{1/3}$$

- J. FRIEDEL

$$\text{cas d'une dislocation en zig-zag : } \ell = \frac{b^2}{c} \left(\frac{4 \mu c}{|W_M|} \right)^{1/3}$$

où l'on suppose que l'atome soluté occupe un volume égal à b^3 , où E_ℓ représente l'énergie de ligne $\approx \frac{1}{2} \mu b^2$ et $|W_M|$ l'énergie d'interaction maximale. Ainsi, à l'exception du modèle de J. FRIEDEL pour la dislocation flexible, ℓ ne dépend pas de la contrainte appliquée. Rappelons ici que dans le cas du mécanisme d'intersection de la forêt, ℓ est donné par $\ell_2 = \rho^{-1/2}$, ρ étant la densité de dislocations de la forêt.

La largeur de potentiel est prise en général égale à b , largeur du soluté, ce qui revient à considérer un potentiel carré. J. FRIEDEL suppose par contre, dans son modèle de déplacement en zig-zag, que cette largeur est plus petite et égale à $d = x = \left(\frac{|W_M|}{\mu c} \right)^{1/3}$ avec $d\ell = b^2 \cdot c^{-1}$. Dans la deuxième catégorie des potentiels, d dépendra de τ_e selon l'équation de la barrière.

Dans ce traitement, la vitesse relative de cisaillement s'écrit (J. FRIEDEL [55]) :

$$\dot{\gamma} = \frac{\rho}{\ell} d \ell b \nu \frac{b}{\ell} \exp \left(- \frac{\Delta G_o - b d \ell \tau_e}{k T} \right) = \frac{\rho d b^2}{\ell} \nu \exp \left(- \frac{\Delta G_o - b d \ell \tau_e}{k T} \right)$$

avec ν fréquence de DEBYE $= 10^{13} \text{ s}^{-1}$.

- Lorsque ΔG_o , d et ℓ ne dépendent pas de τ_e , ν s'identifie avec le volume V mesuré (ensemble des modèles).

- Dans le cas d'une dislocation qui se déplace en zig-zag, J. FRIEDEL trouve que la contrainte nécessaire au déplacement de la dislocation à OK est :

$$\tau_{eo} = \frac{|W_M| c}{2 b^3}$$

$$\text{d'où pour valeur de } \Delta G_o, \Delta G_o = \tau_{eo} b d \ell = \frac{|W_M| c}{2 b^3} \cdot b \cdot \frac{b^2}{c} = \frac{|W_M|}{2}$$

et une valeur de τ en fonction de la température :

$$\tau = \tau_p + \frac{|W_M| c}{2 b^3} \left(1 - \frac{T}{T_c} \right)$$

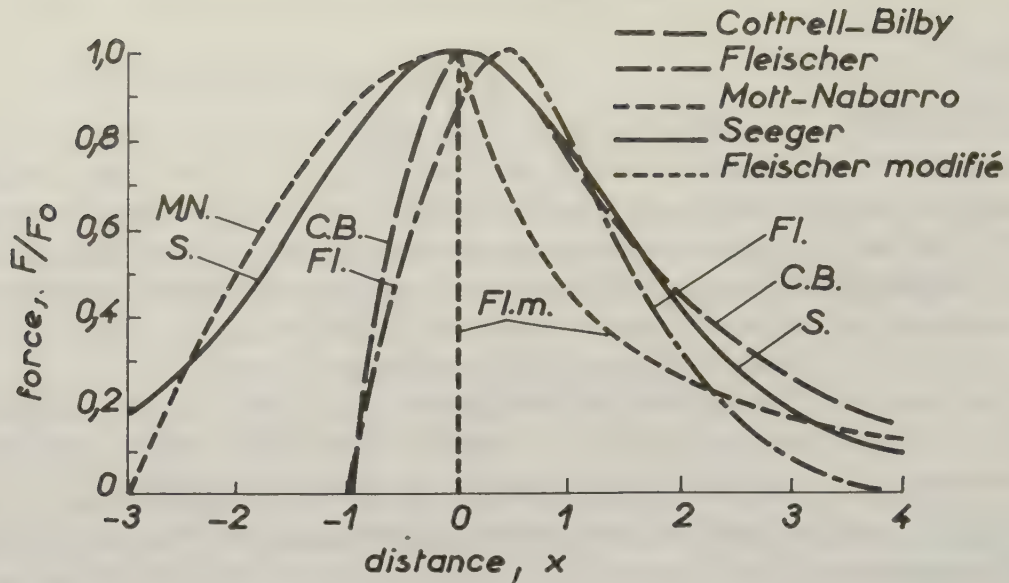
avec :

$$T_c = \frac{|W_M|}{2 \text{Ln} \left(\frac{\nu \rho d^2 c}{\dot{\gamma}} \right)}$$

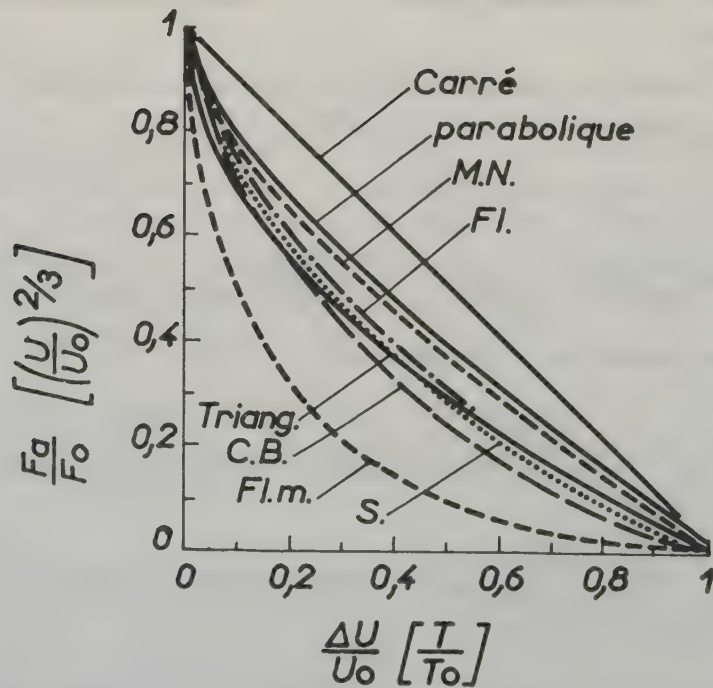
- Lorsque la dislocation est considérée comme flexible, J. FRIEDEL trouve

$$\left(\frac{\tau_e}{\tau_{eo}} \right)^{1/3} = \left(1 - \frac{T}{T_c} \right)^{1/2}$$

les divers paramètres conservant la même signification. Dans ce cas, le volume d'activation



A. Diagramme force-distance de cinq potentiels d'interaction.



B. Relations $F_a - \Delta U$ pour divers potentiels.

Fig. 48.— Modèles d'interaction.

TABLEAU XXIII - RELATION FORCE-DISTANCE ET ENERGIE D'ACTIVATION
DE DIVERS POTENTIELS D'INTERACTION

Potentiel	F/F_0	X et F_0	$\Delta U/U_0$	Références
carré	1	$ X < 1$ $F_0 = \sigma_0 bL$	$1 - \frac{F}{F_0}$	a, b
triangulaire	$1 - X $	$ X < 1$ $F_0 = \sigma_0 bL$	$\left(1 - \frac{F}{F_0}\right)^2$	c
parabolique	$1 - X^2$	$ X < 1$ $F_0 = \sigma_0 bL$	$\left(1 - \frac{F}{F_0}\right)^{3/2}$	c
COTTRELL-BILBY	$X/2 \left(1 + \frac{1}{4} X^2\right)^2$	$X = 2x/r_0 > 0$ $F_0 = \frac{2A}{r_0^2}$	solution numérique	d
FLEISCHER	$\left(\frac{1}{4} X^2 + \frac{X}{\sqrt{2}} + 1\right) / \left(1 + \frac{1}{4} X^2\right)^2$	$X = 2x/b$ $-1,04 < X < -3,86$ $F_0 = \mu b^2 \Delta\epsilon / 3,86$	solution numérique	e, f
FLEISCHER modifié	$\left(1 + \frac{X}{2}\right)^{-2}$	$X = 2x/b > 0$ $F_0 = \mu b^2 \Delta\epsilon / 3,86$	$\left[1 - \left(\frac{F}{F_0}\right)^{1/2}\right]^2$	f
MOTT-NABARRO	$\cos\left(\frac{\pi X}{6}\right)$	$X = 12x/\Lambda > 0$ $F_0 = \sigma_i cL$	$\left[1 - \left(\frac{F}{F_0}\right)^2\right]^{1/2}$ $\frac{F}{F_0} \cos^{-1}\left(\frac{F}{F_0}\right)$	g
SEEGER	$\frac{4e^X}{(1+e^X)^2}$	$X = x/x_0$ $F_0 = U_0/4x_0$	$1 - \frac{2}{1+e^X} - 2F \frac{X}{F_0}$	h

a, A.H. COTTRELL (1952)

b, A. SEEGER (1954)

c, = g + h

d, A.H. COTTRELL et B.A. BILBY (1949)

e, R.L. FLEISCHER (1962)

f, R.L. FLEISCHER (1962)

g, N.F. MOTT et F.R.N. NABARRO (1948)

h, A. SEEGER (1958)

n'est plus indépendant de la contrainte et de la température, et il s'écrit :

$$V = - \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial \tau_e} \right)_T = \frac{2 b^3}{c} \left(\frac{\tau_e}{\tau_{eo}} \right)^{-1/3} = \frac{2 b^3}{c} \left(1 - \frac{T}{T_c} \right)^{-1/2}$$

il augmente lorsque la température augmente et tend vers l'infini lorsque T tend vers T_c .

- Dans le mécanisme de l'intersection avec la forêt, ΔG_o représente deux fois l'énergie de formation d'un cran ; et la distance de franchissement est égale à la séparation des partielles dans le plan de base. Le traitement mathématique reste le même.

A la deuxième catégorie, nous rattachons les modèles pour lesquels la force d'interaction est donnée. Dans le cas d'une distorsion tétragonale, R.L. FLEISCHER suppose que la force d'interaction entre le défaut et la dislocation vis est donnée par :

$$F = - \frac{\partial \Delta G}{\partial x} = \frac{F_o}{\left[\left(\frac{x}{b} \right) + 1 \right]^2}$$

d'où : $\Delta G = \Delta G_o \left[1 - \left(\frac{\tau_e}{\tau_{eo}} \right)^{1/2} \right]$ avec $\Delta G_o = F_o b$, $F_o = \tau_{eo} b \ell$ et $\ell = b \cdot (2c)^{-1/2}$

soit encore : $\left(\frac{\tau_e}{\tau_{eo}} \right)^{1/2} = 1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^{1/2}$

et $V = \frac{\Delta G_o}{\tau_{eo}} \left[\left(\frac{\tau_e}{\tau_{eo}} \right)^{1/2} - 1 \right] = b \ell (x - x') \frac{b^3}{(2c)^{1/2}} \left[\left(\frac{\tau_{eo}}{\tau_e} \right)^{1/2} - 1 \right]$

Pour la distorsion tétragonale, R.L. FLEISCHER trouve :

$$\tau_{eo} = \frac{\mu (c)^{1/2} \Delta \epsilon}{3,5}$$

$\Delta \epsilon$ représentant le paramètre de tétragonalité : $\Delta \epsilon = 0,4$ pour le carbone dans le fer ; pour une boucle de dislocation : $\Delta G_o = \frac{F_o d}{2}$, avec $F_o = \mu b^2$, d étant le diamètre moyen de la boucle.

- N.F. MOTT et F.R.N. NABARRO considèrent que lorsque $\Lambda < \frac{\mu b}{2 \tau_i}$, Λ représentant la longueur d'onde du champ de contrainte interne $= b \cdot c^{-1/3}$ et $\frac{\mu b}{2 \tau_i}$ le rayon de courbure maximal, la barrière provoquée par les atomes en solution ou par des précipités, peut être franchie avec l'aide des fluctuations thermiques. Dans ce cas, la force totale sur une dislocation droite de grandeur L prise égale à Λ est :

$$\left[\tau_i \cos \left(\frac{2 \pi x}{\Lambda} \right) - \tau \right] b L$$

et pour τ voisin de τ_i , contrainte interne :

$$U(\tau) = 0,15 \tau_i b \Lambda^2 \left(1 - \frac{\tau}{\tau_i} \right)^{3/2}$$

τ_i représente τ_{eo} et τ , τ_e . On obtient comme dépendance thermique de τ_e :

$$\frac{\tau_e}{\tau_{eo}} = 1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^{2/3} \quad \text{avec} \quad T_c = \frac{0,15 \tau_i b \Lambda^2}{k L_n (\dot{\gamma}_o / \dot{\gamma})}$$

et pour le volume d'activation :

$$V = - \left(\frac{\partial U}{\partial \tau_e} \right)_T = 0,23 b \Lambda^2 \left(1 - \frac{\tau_e}{\tau_{eo}} \right)^{1/2}$$

N.F. MOTT et F.R.N. NABARRO ont supposé également que la barrière pouvait être de forme parabolique (pour la force) et arrivent à une expression semblable à la précédente pour la dépendance thermique de τ_e .

- A. KELLY et R.B. NICHOLSON [75] ont montré que le potentiel de A. SEEGER constituait une forme générale de potentiels possibles et que le potentiel de N.F. MOTT et R.F.N. NABARRO en constituait un cas particulier. Le potentiel proposé par A.H. COTTRELL et B.A. BILBY a été établi pour le cas de dislocations ancrées par des rangées de solutés et n'est donc pas considéré dans le cas présent d'une répartition au hasard.

β) Interprétation des résultats

Lorsque nous comparons ces diverses théories avec nos résultats expérimentaux, nous constatons que la variation théorique continue des paramètres τ_{eo} , $\dot{\gamma}_o$ et V avec la concentration n'est pas observée : des mécanismes différents sont donc responsables de la déformation des trois alliages. Nous les considérons donc séparément et nous analysons pour chacun :

- la variation de τ_e avec T ;
- l'ordre de grandeur du volume d'activation V et sa variation avec τ_e { ou T } ;
- l'ordre de grandeur de τ_{eo} ;
- l'ordre de grandeur de $\dot{\gamma}_o$ { ou la valeur de T_c }.

ALLIAGE 2

Nous remarquons tout d'abord que la variation macroscopique de τ_e avec T est identique à haute et à basse température. La variation du volume d'activation avec la contrainte efficace est également identique. Ceci laisserait supposer que deux mécanismes, ayant des paramètres voisins, sont responsables de la déformation à basse et à haute température ; seule la contrainte interne ne serait pas de même nature. Ces mécanismes peuvent ne pas être liés directement à la présence des solutés, et être ceux qui existent dans le magnésium pur, avec la possibilité d'une perturbation provoquée par l'élément d'addition. C'est ce que nous vérifions en premier lieu. Les mécanismes possibles sont :

- l'intersection avec la forêt ;
- le franchissement des barrières du réseau cristallin (mécanisme de PEIERLS) ;
- le glissement dévié ;
- le mouvement non conservatif des dislocations vis avec crans ;
- la montée des dislocations coins.

Nous pouvons rejeter tout de suite le mécanisme de montée (volume d'activation de l'ordre de $1 b^3$) et les mécanismes de PEIERLS - NABARRO et de glissement dévié ($V \approx 10^1$ à $10^2 b^3$) qui prévoient un volume trop faible.

Dans le mécanisme d'intersection de la forêt, décrit par J. FRIEDEL, la variation de τ_e avec T est soit linéaire (ce qui n'est pas le cas ici), soit de la forme :

$$\left(\frac{\tau_e}{\tau_{eo}} \right)^{1/3} = \left(1 - \frac{T}{T_c} \right)^{1/2}$$

Cette deuxième forme peut correspondre à nos résultats. Dans ce modèle, le volume d'activation à 0 K vaut $\frac{2 b^3}{c}$, ou $\frac{2 b^2}{\sqrt{\rho}}$, ou, en tenant compte de la séparation des partielles (de l'ordre de 2 à 3 b dans le magnésium pur), $\frac{4 b^2}{\sqrt{\rho}}$. En l'identifiant à la valeur de 125 b³ (100 à 150 b³) extrapolée dans la figure 42, nous trouvons pour la densité des dislocations initiales traversant le plan de base :

$$\sqrt{\rho} = \frac{4}{125 b} = \frac{4}{125 \times 3,2 \cdot 10^{-8}} = 10^{+6} \text{ cm}^{-1} \text{ d'où } \rho = 10^{12} \text{ cm}^{-2}$$

valeur très élevée (devant être normalement de l'ordre de 10^8 cm^{-2}).

Un autre traitement du phénomène d'intersection a été donné par J.B. MITCHELL et J.E. DORN [76] pour rendre compte de la variation du volume d'activation avec la contrainte : alors que la distance entre les arbres de la forêt est supposée constante, seule la distance d'activation varie avec la contrainte au cours du pincement des dislocations partielles. Le volume d'activation à considérer est alors celui pour lequel la cisssion est nulle. (Dans le modèle de J. FRIEDEL, le volume d'activation devient alors infini). Une valeur raisonnable de 1000 à 2000 b³ tirée de la figure 42 donne une densité de dislocations moins élevée, de l'ordre de 10^6 cm^{-2} , que dans le modèle de J. FRIEDEL. Cette valeur est plus acceptable.

Le facteur de fréquence $\dot{\gamma}_0 = 2,12 \cdot 10^8 \text{ s}^{-1}$ (tableau XXII) vaut, dans ce modèle :

$$\dot{\gamma}_0 = \left(\frac{\rho}{\ell} \right) \cdot \ell^2 b \nu_0 \frac{b}{\nu} = \rho b^2 \nu_0$$

et donne comme densité de dislocations mobiles dans le plan de base :

$$\rho = 2 \cdot 10^{10} \text{ cm}^{-2}$$

valeur un peu forte, mais acceptable dans les limites des suppositions faites.

La valeur $\Delta G_0 = 1,1 \text{ eV}$ (tableau XXII) est voisine de celle qui est attribuée au pincement et à la formation de deux crans dans le magnésium pur : 0,82 eV [76]. Cette valeur se représente par $\Delta G_0 = \tau_{eo} b \ell d$ avec comme valeur de ρ , 10^7 cm^{-2} ; de d , 2 b et de τ_{eo} , la valeur que nous trouvons, soit 2,25 kgf. mm⁻².

Lorsque les dislocations vis avec crans sont responsables de la déformation, le volume d'activation reste du même ordre de grandeur. L'énergie ΔG_0 de ce mécanisme est celle de la diffusion, soit 1,4 eV dans le magnésium pur et 1,2 eV dans les alliages magnésium-yttrium de faible concentration en yttrium (chapitre III), c'est-à-dire une valeur voisine de celle que nous déterminons à basse température. Le volume d'activation que nous trouvons à haute température est comparable à celui que présente le magnésium pur (G.B. GIBBS [49]). Cet auteur en déduit que le mouvement des dislocations vis avec crans [77] est responsable de la déformation du magnésium pur à haute température.

Ainsi les mécanismes responsables de la déformation de l'alliage 2 pourraient être l'intersection des dislocations mobiles avec les arbres de la forêt à basse température et le mouvement non conservatif des dislocations vis avec crans à haute température. L'effet de l'élément d'addition consisterait à modifier légèrement les paramètres liés au métal pur.

Lorsque l'on cherche à faire correspondre nos déterminations au modèle de J. FRIEDEL rendant compte du durcissement de la solution solide, nous trouvons une valeur théorique du volume égale à :

$$U = \frac{2b^3}{c} = \frac{2b^3}{0,09 \cdot 10^{-2}} = 2000 b^3$$

valeur que nous obtenons par extrapolation de nos résultats (fig. 42). Mais la valeur de ΔG_0 égale théoriquement à $\frac{|W_M|}{2}$, conduirait à une valeur trop élevée de W_M , soit 2,2 eV (voir chapitre VII). Le facteur de fréquence théorique $\rho \nu d^2 c$ avec $d^2 = \left(\frac{|W_M|}{\mu c} \right)^{2/3}$, dans le deuxième traitement de J. FRIEDEL, conduirait également à une valeur exagérée de $|W_M| = 3,5 \cdot 10^5$ eV avec une valeur raisonnable de $\rho = 10^8 \text{ cm}^{-2}$. Ce modèle n'est donc pas valable pour cet alliage. Par contre le premier traitement de J. FRIEDEL, analogue à celui du phénomène d'intersection, s'applique si l'on considère une énergie d'interaction de 1,1 eV ; en effet, la distribution des atomes solutés est la même que celle des arbres de la forêt. Remarquons que le fait d'obtenir une valeur exagérée de ΔG_0 avec le modèle de durcissement d'une solution solide n'est pas particulier à notre étude et a déjà été observé dans le cas d'alliages Ag-In par R. ROGAUSCH et P. HAASEN [78].

b) "Durcissement de précipitation" ou "adoucissement par alliage" [79]

Nous constatons (tableau XXII) que les valeurs de τ_{eo} déterminées pour les alliages 3 et 4 sont inférieures à celles de l'alliage 2 : ce comportement ne peut correspondre au cas de la solution solide envisagé précédemment pour lequel $\tau_{eo} = \frac{\Delta G_0}{b \ell d}$ augmente lorsque ℓ diminue, c'est-à-dire lorsque la concentration en atomes solutés augmente. Nous allons essayer d'expliquer ce phénomène "d'adoucissement par alliage" [79] par l'effet d'une précipitation qui se produit à basse température malgré (ou à l'aide de, s'il y a sursaturation de lacunes gelées) l'état initial trempé.

ALLIAGE 3

α) Un mécanisme qui est parfois proposé pour le déplacement d'une dislocation dans une solution solide est celui au cours duquel la dislocation contourne l'obstacle au lieu de le traverser [81, 82]. La contrainte nécessaire appelée contrainte d'OROWAN [80], est

$$\text{donnée par } \tau_{eo} = \frac{\frac{1}{2} \mu b^2}{\frac{1}{2} \ell b} = \frac{\mu b}{\ell} \left\{ \begin{array}{l} \text{égalité du diamètre d'une boucle et de la distance entre} \\ \text{précipités incohérents} \end{array} \right\} = \frac{0,545 \cdot 10^4 \text{ dynes.cm}^{-1}}{\ell}.$$

Dans le cas d'une solution solide de concentration atomique c : $\tau_{eo} = \mu \sqrt{2} c$, soit pour l'alliage 2 $\{c = 0,09 \cdot 10^{-2}\}$: $\tau_{eo} = 74 \text{ kgf.mm}^{-2}$, valeur trop importante par rapport à celle que nous avons déterminée. Un tel modèle ne s'applique donc pas dans le cas des alliages étudiés : la concentration qui donnerait une valeur de τ_{eo} de l'ordre de 1 kgf.mm^{-2} est très faible, environ $0,15 \cdot 10^{-6}$ atomique. Mais une précipitation grossière permet d'atteindre des concentrations d'obstacles de cet ordre. La distance moyenne ℓ entre ces précipités, dans le plan de glissement de la dislocation, est alors beaucoup plus grande que la distance Λ dans l'espace, et est donnée par :

$$2 \ell^2 R = \Lambda^3$$

R étant la dimension du précipité sphérique (égalité du volume actif où le précipité agit sur la dislocation). La contrainte d'OROWAN s'écrit pour une fraction volumique f constante :

$$\tau_c = \frac{\mu b}{\ell} = \mu b f^{1/3} \frac{1}{2R} \text{ avec } f = \left(\frac{R}{\ell/2} \right)^3$$

Ce mécanisme de contournement peut être thermiquement activé [55]. Pour une cisssion τ voisine de τ_c et pour $\ell \gg 2R$, l'énergie d'activation est :

$$U_1 = 2 \ell \Gamma \left(1 - \frac{\tau}{\tau_c} \right)^{3/2}$$

formule équivalente à la formule de N.F. MOTT et F.R.N. NABARRO. Et pour τ très petit devant τ_c :

$$U_2 = 2 R \Gamma \left(1 - \frac{\tau}{\tau_c} \right)$$

Γ étant la tension de ligne $= \frac{1}{2} \mu b^2$. Cette dernière énergie n'est possible que pour $U_2 < U_1$, c'est-à-dire pour des contraintes $\tau < \tau \left(1 - \frac{R^2}{\ell^2} \right)$.

Pour l'alliage 3, la valeur de $\tau_{eo} = 1,1 \text{ kgf.mm}^{-2}$ que nous allons tenter d'identifier à τ_c , donne :

$$\ell = \frac{\mu b}{\tau_{eo}} = 5400 \text{ \AA}$$

d'où un rayon R des précipités de l'ordre de :

$$R = \frac{\ell}{2} f^{1/3} = 800 \text{ \AA}$$

avec $f = 2,8 \cdot 10^{-2}$ si nous supposons que le précipité formé est Mg_{17}Y_3 (ou $R = 450 \text{ \AA}$, avec $f = 0,43 \cdot 10^{-2}$ si nous supposons que le précipité n'est formé que d'atomes d'yttrium). Les valeurs de U_1 et U_2 pour $\tau = 0$ que nous calculons à l'aide de ces valeurs de ℓ et R sont égales respectivement à :

$$U_1^0 = 2 \ell \Gamma = 9,45 \cdot 10^{-9} \text{ erg} = 5,9 \cdot 10^3 \text{ eV}$$

$$U_2^0 = 2 R \Gamma = 0,7 \cdot 10^{-9} \text{ erg} = 4,3 \cdot 10^2 \text{ eV}$$

valeurs beaucoup trop fortes. Un tel modèle ne s'applique donc pas à la déformation de cet alliage (et de l'alliage 4 a fortiori) à basse température puisque τ_{eo} n'est pas identifiable à τ_c . Inversement, l'identification de $\Delta G_0 = \tau_{eo} b \ell \cdot 2R = \mu b^2 R$ introduirait un rayon efficace R_e égal à $0,5 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$, valeur inférieure au rayon de l'atome soluté.

β) Les seuls modèles possibles sont ceux qui supposent une barrière de potentiel peu large. Nous discutons donc des trois modèles possibles. Si les atomes d'yttrium se rassemblent sous forme de disques de rayon R et de hauteur $b(1 + \epsilon)$, ϵ étant le facteur de taille, au stade d'évolution des zones de GUINIER-PRESTON, un tel disque peut être assimilé à une boucle de dislocation de vecteur de BÜRGERS ϵb . Le problème se ramène alors à celui de l'interaction d'une dislocation de vecteur de BÜRGERS b avec une boucle de dislocation de vecteur de BÜRGERS ϵb . G. SAADA [83] a trouvé que la contrainte interne τ_i à appliquer pour forcer les dislocations mobiles à travers une forêt de dislocations (attractives ou répulsives) coupant le plan de glissement vaut :

$$\tau_i = \frac{\mu \epsilon b}{5 \ell}$$

- ℓ étant la distance entre arbres, donnée par : $\ell^{-2} = \rho = \frac{2 \pi R}{\Lambda^3}$;
- Λ , la distance moyenne des boucles, donnée par : $c = \frac{\pi R^2 b}{\Lambda^3}$ d'où $\rho = \frac{2 c}{R b}$;
- c , la concentration d'atomes solutés ségrégués. D'où

$$\tau_i = \frac{\mu \epsilon}{5} \left(\frac{2 c b}{R} \right)^{1/2}$$

Ce mécanisme est activé thermiquement, de façon identique au phénomène d'intersection. L'énergie ΔG_o n'est plus alors celle nécessaire au pincement et à la formation de deux crans de hauteur b , mais celle du pincement et de la formation d'un cran de hauteur b et d'un cran de hauteur ϵb ; cette énergie est donc plus faible. A cette énergie de pincement et de formation de crans, nous devons ajouter en toute rigueur un terme dû à l'effet chimique : le cisaillement provoque un changement de liaisons entre atomes voisins.

ALLIAGE 4

Nous avons tenté d'étendre le raisonnement donné par J.G. BYRNE et al. [84] dans le cas des zones de GUINIER-PRESTON des alliages Al-Cu. Dans notre cas, nous pouvons avoir une structure analogue constituée de précipités cohérents selon les plans $(10\bar{1}2)$, ainsi qu'ils se forment dans les alliages plus fortement chargés (chapitre II). Les précipités parallèles au vecteur de BÜRGERS de la dislocation contenue dans le plan de base constituent des barrières faibles dont l'action est surtout sensible aux basses températures. Les deux autres types de précipités sont plus efficaces et contribuent à la limite élastique dans un domaine de température plus large. Cette limite élastique suit une loi de la forme {équation de N.F. MOTT} :

$$\tau_e = \frac{U_o}{V} \left\{ 1 - \left(\frac{k T}{U_o} L_n \frac{\dot{\gamma}_o}{\dot{\gamma}} \right)^{2/3} \right\}$$

avec $\frac{U_o}{V}$ = valeur de la contrainte à 0 K, U_o = énergie d'interaction et V = volume d'activation. Une telle loi semble suivie par la limite élastique de l'alliage 4 (fig. 38).

Une loi semblable nous est fournie par la théorie des défauts tétragonaux introduite par R.L. FLEISCHER. On considère ici que le disque introduit une distorsion assymétrique, de façon analogue à la condensation des lacunes sous forme de disque. La loi de variation de la limite élastique s'écrit alors [85] :

$$\frac{\tau_e}{\tau_{eo}}^{1/2} = \left[1 - \left(\frac{T}{T_c} \right)^{1/2} \right]$$

avec $\Delta G_o = \frac{F_o d}{2}$ et $F_o = \mu \epsilon b^2$.

La précision de nos déterminations ne nous permet pas de faire un choix entre ces deux mécanismes. En effet les paramètres apparaissant dans ces lois ne sont dans l'état actuel de nos connaissances que des grandeurs estimées et raisonnables. Seule une étude approfondie de la structure de cette précipitation (nature, taille et répartition) au moyen de l'observation en microscopie électronique nous permettrait de mieux connaître ces paramètres. Des essais complémentaires à plus basse température seraient aussi instructifs (possibilités de plusieurs types de barrière).

A haute température, nous retrouvons le même type de variation de la limite élastique avec la température pour l'ensemble des alliages, avec une augmentation de la valeur de cette limite lorsque la concentration en yttrium augmente. L'alliage 3 possède un volume d'activation sensiblement égal à celui de l'alliage 2 (fig. 42 et 43). Pour l'alliage 4, la présence du domaine athermique se fait sentir à des températures plus élevées (fig. 44). Il est donc raisonnable de supposer, avec les restrictions déjà émises dans l'étude de l'alliage 2, que le mouvement non conservatif des dislocations vis avec crans régit la déformation des alliages à haute température.

VI - DURCISSEMENT PAR DEFORMATION

Les courbes rationnelles de traction (fig. 37) et le volume d'activation (fig. 42, 43 et 44), qui traduit l'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte d'écoulement, nous fournissent des renseignements complémentaires sur la déformation des alliages.

A - TAUX DE CONSOLIDATION

Les courbes rationnelles de traction de l'alliage 2 sont sensiblement identiques à celles du magnésium pur [52]. A basse température, elles peuvent se décomposer en deux domaines : une courbe parabolique d'exposant inférieur à 1 jusqu'à à peu près 2 % d'allongement, suivie d'un domaine de forme parabolique à faible exposant. A plus haute température ($> 200^\circ$), cette première forme parabolique est suivie d'une portion linéaire. Le premier domaine à fort taux de consolidation (pente de la courbe rationnelle) est provoqué par la présence des joints de grains. La deuxième forme parabolique correspond à un durcissement de la matrice ; et la forme linéaire traduit l'équilibre entre la consolidation et la restauration qui s'installent dans le matériau. L'alliage 3 présente les mêmes caractéristiques, mais la température de transition est plus élevée ($\sim 300^\circ$). Dans l'alliage 4, la forme linéaire est absente. En outre, le taux de consolidation pour un allongement donné augmente avec la concentration en yttrium.

B - ALLONGEMENT

Pour l'ensemble des alliages étudiés, la température ambiante constitue "une température de transition" [37] au-dessous de laquelle la ductibilité reste faible et constante, puis augmente au-dessus avec la température (fig. 40). L'allongement total passe par un maximum vers 250° , décroît, atteint un minimum vers $300^\circ - 350^\circ$, puis augmente à nouveau. Le maximum se trouve déplacé vers des températures supérieures lorsque la vitesse de déformation augmente ; et peut même disparaître (alliage 2). La chute de l'allongement total, suivie d'une remontée brutale est provoquée par l'apparition d'une "cavitation" importante aux joints de grains (voir chapitre VIII). Ce caractère est commun à de nombreux alliages de magnésium [86]. L'allongement réparti suit la même évolution jusqu'au maximum, mais la chute d'allongement se poursuit jusqu'à sa disparition. La recristallisation sous contrainte en est responsable.

A basse température, l'allongement augmente avec la concentration en yttrium et à haute température, cette variation est inversée. Nous expliquons ce comportement à l'aide des mécanismes de déformation que nous avons précédemment identifiés. A basse température, le déplacement des dislocations par cisaillement dans la solution solide (cas de l'alliage 2) ou à travers des précipités (cas des alliages 3 et 4) ne permet pas une consolidation importante. Il n'en serait pas de même si le déplacement s'effectuait par le mécanisme d'OROWAN.

La consolidation reste donc voisine de celle du magnésium pur. L'augmentation d'allongement, qui se produit lorsqu'apparaît la précipitation, peut être due à une multiplication des sources de dislocations par un glissement doublement dévié, ou par une disparition du maillage [87] qui provoquerait le blocage des dislocations : K.H. ECKELMEYER et R.W. HERTZBERG [88] ont constaté en effet récemment que dans l'alliage magnésium-yttrium à 9 % en poids d'yttrium le maillage $\{10\bar{1}2\}$ disparaît complètement à basse température et que la déformation se produit presque exclusivement par glissement dans le plan de base. Le phénomène d'indentation [89] semble par ailleurs peu vraisemblable. A haute température, la baisse de l'allongement lorsque la concentration en yttrium augmente s'explique par une diminution de l'importance des phénomènes de restauration.

C - INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFORMATION SUR LA CONTRAINTE D'ÉCOULEMENT

Lorsque la déformation est activée thermiquement, le volume d'activation diminue lorsque le taux de déformation augmente (fig. 42, 43 et 44). A haute température où le mécanisme est identifié au mouvement des dislocations vis avec crans. La diminution du volume d'activation correspond à la décroissance entre crans le long de la dislocation vis : après déformation, la densité des crans n'est plus celle donnée par l'équilibre thermodynamique ; il s'est produit une sursaturation de crans par suite du phénomène d'intersection des dislocations. A basse température, ce phénomène d'intersection contrôle la déformation de l'alliage 2. Au cours de la déformation, le nombre de dislocations augmente, donc la distance entre arbres diminue. Le volume d'activation diminue ainsi avec la déformation. Dans les alliages 3 et 4, le morcellement des précipités déjà formés et l'apparition de nouveaux précipités favorisée par l'augmentation de la diffusivité par création de lacunes entraînent également une diminution de la distance entre particules.

Dans le domaine athermique, nous observons un comportement contraire : le "volume d'activation" augmente avec la déformation pour l'alliage 2, ou plus exactement la contrainte d'écoulement est moins influencée par la vitesse lorsque la déformation augmente. Dans ce domaine de température, les dislocations sont ancrées par les atomes solutés. Comme nous le verrons au chapitre suivant, cet ancrage résultant d'une diffusion des atomes solutés sur les dislocations est favorisé par une faible vitesse de la déformation plastique [90].

Ainsi, les mécanismes de déformation que nous avons identifiés à partir des valeurs de la limite élastique rendent compte de l'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte d'écoulement.

VII - CONCLUSION

La variation de la limite élastique en fonction de la température et de la vitesse de déformation nous a permis de préciser les mécanismes responsables de l'écoulement plastique des alliages étudiés. Ils changent avec la température et nous distinguons trois domaines pour chacun de ces alliages. A basse température, nous constatons que la déformation de l'alliage 2 est gouvernée par le mécanisme d'intersection des dislocations mobiles du plan de base par les dislocations coupant ce plan. Un mécanisme faisant intervenir les atomes solutés peut être substitué au mécanisme d'intersection. Le modèle proposé par J.B. MITCHELL et J.E. DORN est celui qui convient le mieux. A ces températures, les alliages 3 et 4 sont le siège d'une précipitation. La déformation plastique se produit avec cisaillement des précipités. Les modèles de l'intersection de la forêt et des défauts tétra-

gonaux de R.L. FLEISCHER donnent des paramètres en accord avec ceux que nous trouvons. Ce domaine à basse température est suivi d'une région où la déformation est athermique. La contrainte d'écoulement est celle nécessaire à la propagation des dislocations coins dans le champ de contrainte édifié par les effets de taille et de module des atomes solutés. A plus haute température, la déformation est de nouveau activée thermiquement et elle est provoquée par le mouvement des dislocations vis avec crans dans l'ensemble des alliages ; le soluté n'a pour effet que de perturber ce mouvement.

De tels mécanismes expliquent la dépendance de la contrainte d'écoulement par rapport à la concentration d'yttrium dans ces trois domaines de température, ainsi que la consolidation des matériaux.

Les variations de l'allongement total et de l'allongement réparti sont similaires à celles que l'on a dans le magnésium. En outre, au-dessous de la "température de transition" (l'ambiante), l'allongement augmente avec la concentration, et au-dessus de cette température la variation est inversée.

CHAPITRE VII

PHENOMENES DE VIEILLISSEMENT
DANS LE DOMAINE D'EXISTENCE DE LA SOLUTION SOLIDE :
ETUDE DU VIEILLISSEMENT PAR DEFORMATION ;
MISE EN EVIDENCE D'UNE LIMITE ELASTIQUE SUPERIEURE

S.L. COULING [91] a observé l'existence d'une limite élastique supérieure entre 100° et 300° pour certains alliages de magnésium. K.G. KENT et A. KELLY [60] ont étudié cette limite en fonction de divers traitements de vieillissement pour un alliage de magnésium à 0,5 % en poids de thorium. Ils ont conclu qu'une interaction de type COTTRELL en serait responsable. L'yttrium, possédant un rayon atomique identique à celui du thorium et différent de 13 % de celui du magnésium, doit présenter un effet semblable. C'est ce qui a été effectivement mis en évidence par WANG Qi-MING et HE GUANG-XING [92] sur un alliage à 0,5 % en poids d'yttrium après écrouissage et vieillissement à 200°.

Cette étude porte sur l'écoulement plastique discontinu (encore appelé vieillissement dynamique) observé pour certaines concentrations au cours d'essais simples de traction et sur la mise en évidence d'une limite élastique supérieure après vieillissement statique lorsque le phénomène précédent ne se produit pas.

I - MATERIAU ET METHODE

La nature du matériau étudié a été décrite au chapitre V. Nous rappelons que les alliages 2,3 et 4 forment une solution solide à des températures supérieures respectivement à 25°, 125° et 210° (fig. 49).

Les essais sont réalisés sous argon sur une machine de type rigide INSTRON. La méthode générale consiste à déformer l'éprouvette jusqu'à 3 % à une température donnée et à une vitesse nominale de déformation de $4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, à lui faire subir sur la machine un traitement de vieillissement à la même température, sous faible charge pour en assurer l'axialité et éviter toute relaxation ; puis de la soumettre à nouveau à l'essai de traction pour observer la limite élastique supérieure si elle existe.

Les critères de vieillissement par déformation sont :

- l'apparition d'une chute de charge dès le début de la déformation plastique ;
- l'absence d'un tel phénomène après décharge et remise en charge immédiate ;
- la réapparition d'une limite élastique supérieure après vieillissement.

Le plus souvent au cours d'études analogues, et comme c'est le cas ici, le premier critère n'est pas respecté. La cause est alors généralement à rechercher dans la mise sous alignement de l'éprouvette ou dans la nécessité d'une certaine déformation pour augmenter la diffusivité du soluté par création de lacunes ou d'une trempe qui donne le même résultat.

Un certain nombre de variables sont utilisées couramment pour caractériser

le durcissement correspondant à une limite élastique supérieure (fig. 50) :

- h [93, 94, 95, 96] = la différence de contrainte entre la limite élastique supérieure $\sigma_0 + h$ et la limite élastique inférieure σ_0 . Cette quantité ne peut constituer à elle seule une mesure du degré de blocage, puisque les valeurs obtenues dépendent de façon sensible des conditions expérimentales [97] : caractéristiques de la machine de traction, perfection de l'alignement de l'éprouvette, état de surface ... c'est-à-dire toutes conditions entraînant une concentration locale de contraintes pouvant débloquent les dislocations par exemple. Alors que la limite élastique inférieure reste reproductible, il n'en est pas de même de la limite supérieure ;

- $\Delta\sigma$ [95, 98, 99, 100, 101, 102, 104] = la différence entre la contrainte d'écoulement après déformation et éventuel vieillissement et celle à laquelle la prédéformation s'est terminée σ ;

- $\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = S$ [60, 98, 99, 103] et $\frac{h}{\sigma}$ [94] les quantités relatives correspondant aux deux grandeurs précédentes. Le choix d'un paramètre particulier ne peut se dégager qu'au cours de l'étude théorique.

Les paramètres que nous étudions ici sont :

- t = la durée du vieillissement ;
- T = la température de vieillissement ;
- ϵ = le taux de déformation plastique ou écrouissage ;
- $\dot{\epsilon}$ = la vitesse de déformation ;
- c = la concentration atomique en atomes solutés.

II - RESULTATS ET DISCUSSION

La figure 49 représente les domaines d'existence des divers types de vieillissement que nous avons observés au cours de l'étude que nous décrivons maintenant.

A - INFLUENCE DE LA DEFORMATION

a) Alliage 2

Un essai effectué à 250° (fig. 50) avec des durées de vieillissement égales à 8 mn montre que, pour la déformation préalable de 3 %, les variables h/σ_0 et S ne dépendent pas de la déformation ni du nombre de vieillissements, à la précision des mesures près. En outre, certaines expériences de vieillissement avec des durées croissantes sont suivies d'une deuxième série identique de traitements. Les variables restent alors identiques à celles trouvées précédemment. La contrainte d'écoulement après dépassement de la limite élastique inférieure reste identique à celle obtenue par extrapolation de la courbe de consolidation existant avant vieillissement. Le vieillissement n'a donc aucune influence sur la contrainte de frottement qui s'oppose au mouvement des dislocations. Il n'a que des effets transitoires.

Par contre, pour les températures égales ou inférieures à 200°, le comportement n'est plus le même et il devient identique à celui que l'on observe pour l'alliage 3.

b) Alliage 3

A 150°, température à laquelle nous observons pour l'alliage 3 une limite élastique supérieure (fig. 50), la variable S diminue et les variables h et $\frac{h}{\sigma_0}$ augmentent lorsque des vieillissements identiques sont successivement réalisés. Lorsque, comme précédemment,

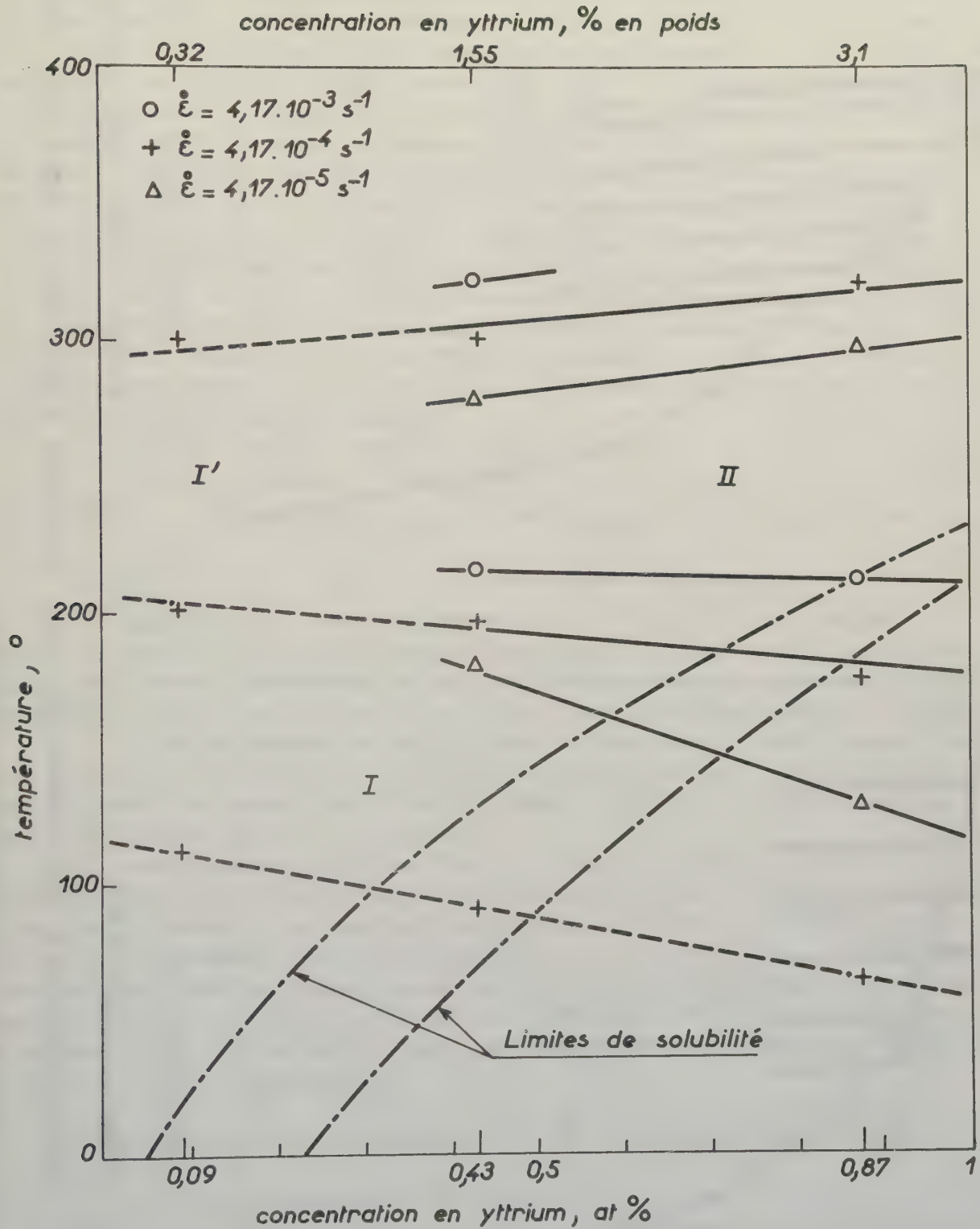
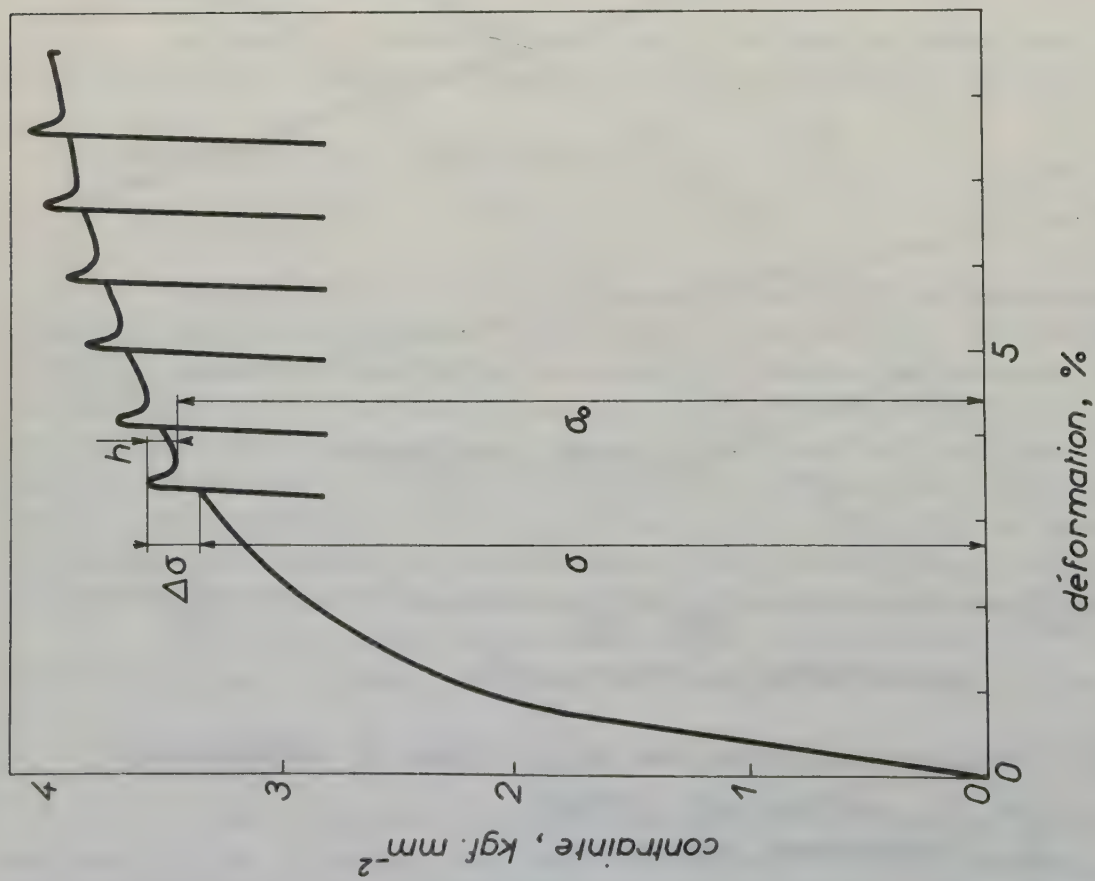
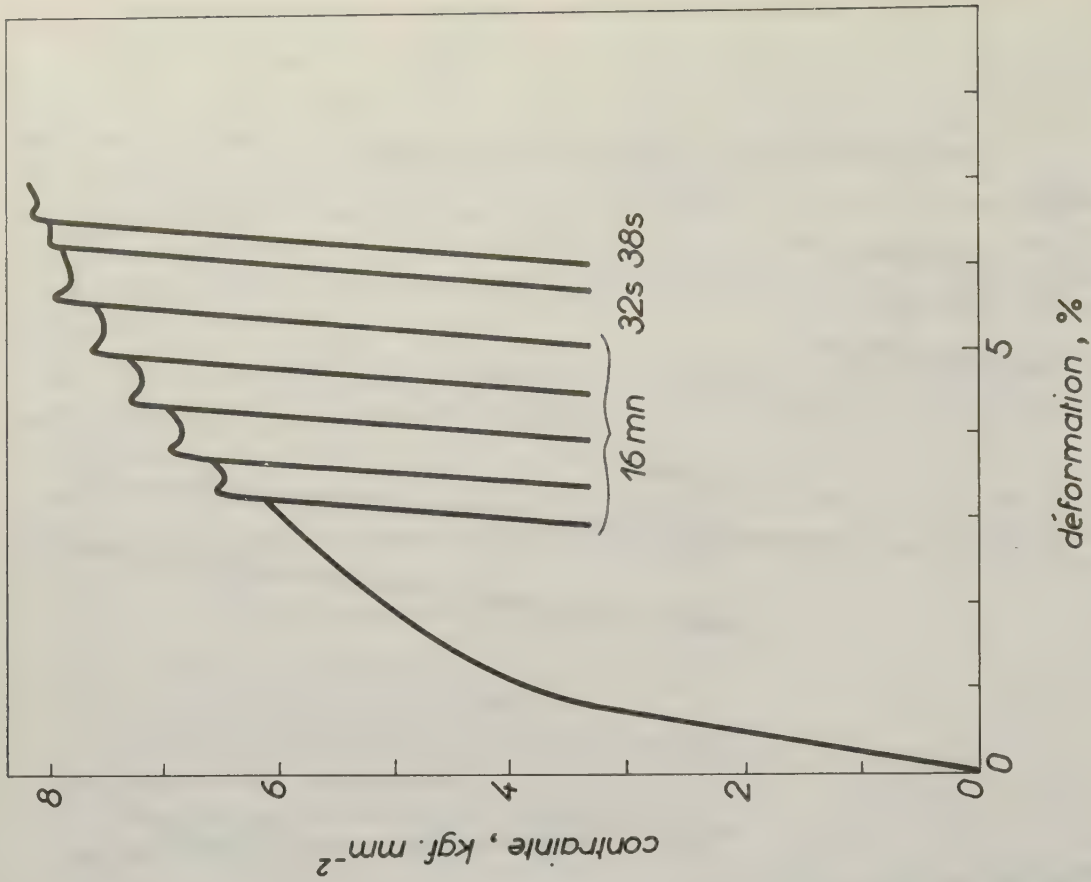


Fig.49.— Domaines d'existence des divers types de vieillissement :
 I et I' , vieillissement statique ;
 II , vieillissement dynamique .



A - Alliage 2 : 250°, 8 mn



B - Alliage 3 : 150°, 16 mn et 0 mn

de traitements de vieillissement identiques.

après une première série de vieillissements pour laquelle, initialement sans vieillissement (après simple décharge et remise en charge), il n'est pas observé de limite élastique supérieure, nous effectuons une deuxième série, celle-ci apparaît immédiatement. Au cours de cette deuxième série, la chute de charge augmente ensuite avec le temps de vieillissement. Après le palier de limite élastique inférieure, la contrainte d'écoulement est supérieure à celle que nous pouvons extrapoler de la courbe de déformation initiale et le taux de consolidation reste identique. La contrainte interne de frottement est donc supérieure à celle existant avant vieillissement. Ce durcissement peut provenir, soit d'une formation de précipités fins et très dispersés accélérée par une diffusion le long des dislocations au cours du vieillissement, soit du processus même provoquant la chute de charge à la limite élastique, ce processus consistant dans la création et la multiplication de dislocations mobiles [105, 106, 107]. La première hypothèse semble peu vraisemblable, si l'on considère que de tels "précipités" se formeraient plus facilement à haute température dans le cas de l'alliage 2. Et comme nous le verrons plus loin, si l'on suppose que dans ce domaine de température se produit la condensation de l'atmosphère de COTTRELL avec saturation des dislocations qui se trouvent ainsi fortement ancrées, la déformation plastique ultérieure se produit par le mouvement de nouvelles dislocations qui se sont développées par un mécanisme de double glissement dévié (processus de KOEHLER).

A 100°, aucun durcissement ultérieur n'est décelé.

A haute température, le vieillissement dynamique ne permet plus le vieillissement statique.

c) Alliage 4

Dans le cas de l'alliage 4, les variables commencent à augmenter avec le nombre de cycles de vieillissement, comme dans l'alliage 3 ; mais elles prennent ensuite des valeurs constantes comme dans l'alliage 2. Lorsqu'on effectue une deuxième série de vieillissements, pour une durée tendant vers zéro, la limite élastique supérieure subsiste.

Lorsqu'on considère le taux de consolidation des alliages, défini comme la pente de la courbe rationnelle de traction $q = \frac{d\sigma}{d\epsilon}$, nous remarquons que lorsque la méthode des cycles conserve une valeur constante pour les variables $\frac{h}{\sigma_0}$ et S, le taux de consolidation reste constant quelle que soit la déformation.

Nous voyons donc qu'aux températures inférieures à 200°, le comportement des trois alliages reste identique : le métal, après vieillissement suivi d'une déformation, présente un durcissement permanent par rapport à son état antérieur. Au dessus de 200°, pour l'alliage 2, l'effet du vieillissement disparaît après dépassement de la limite élastique inférieure. Ces caractères sont à rattacher aux domaines I et I' de la figure 49. Ainsi au dessus de 200°, la méthode des cycles nous donne directement l'effet du vieillissement et au dessous de 200°, un vieillissement quelconque tient compte des traitements précédents et ne représente plus un état transitoire.

B - INFLUENCE DE LA TEMPERATURE ET DE LA DUREE DE VIEILLISSEMENT

Des essais isothermes avec des traitements de durées croissantes sont effectués à des températures comprises entre 20° et 350°. Les résultats obtenus sont donnés dans les figures 51, 52 et 53.

a) Alliage 2

Entre 200° et 270°, un vieillissement de durée quelconque fait apparaître une

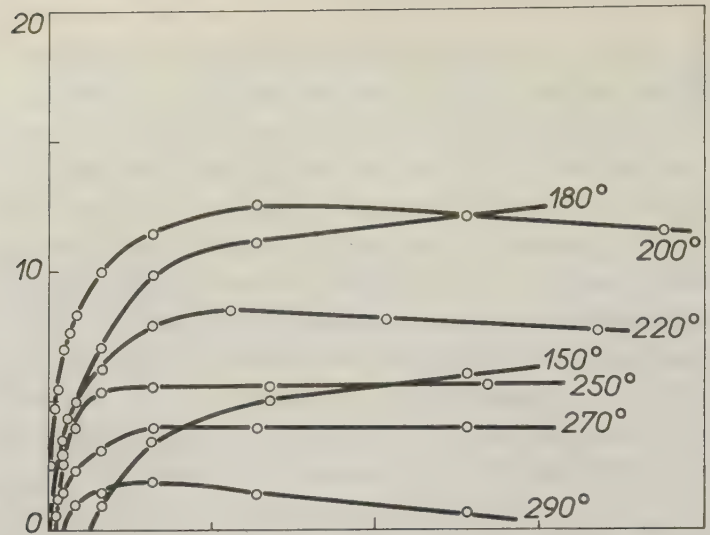
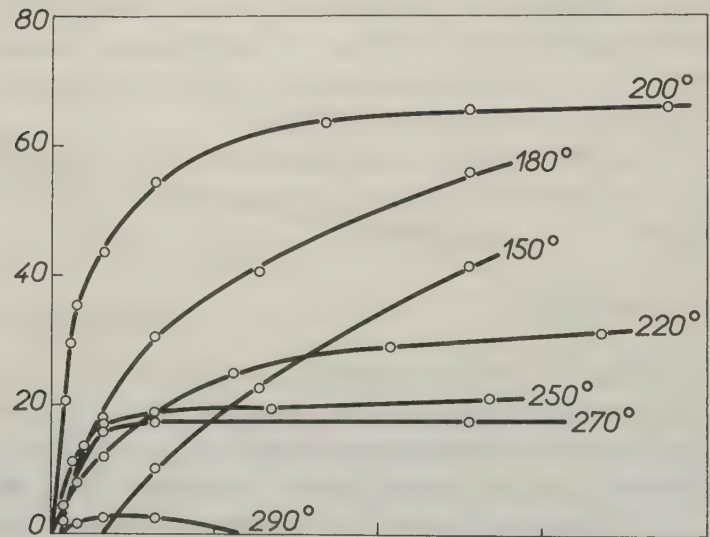
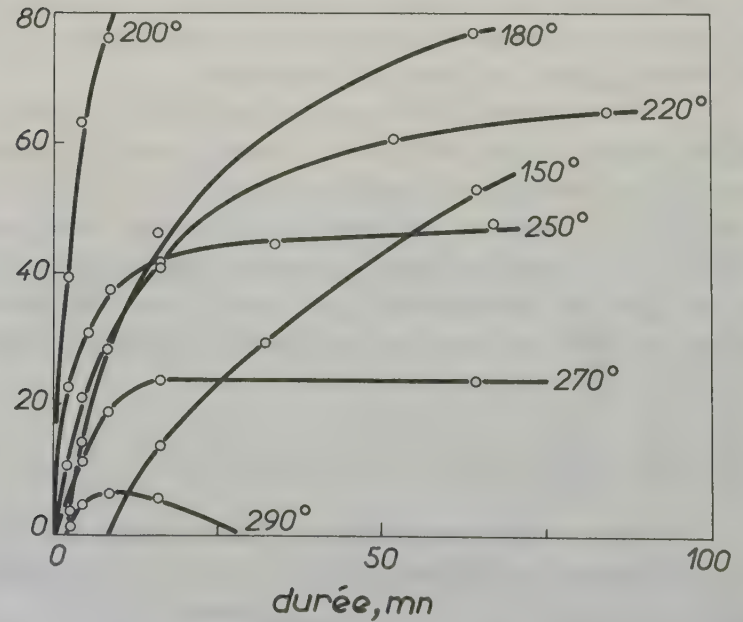
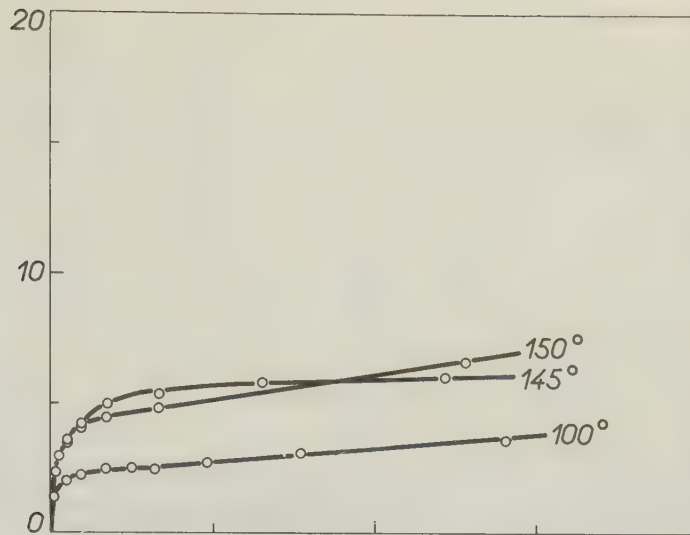
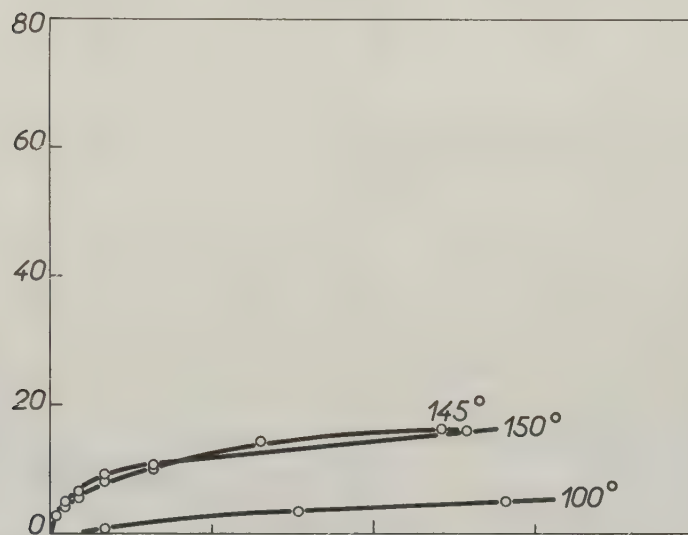
S
 $\times 10^2$

 h
 $\text{kgf. mm}^{-2} \times 10^2$

 h/σ_0
 $\times 10^3$


Fig. 51. — Variables S , h et h/σ_0 fonctions de t à différentes températures
 ($\dot{\epsilon} = 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) : alliage 2

S
 $\times 10^2$



h
 $\text{kgf. mm}^{-2} \times 10^2$



h/σ_0
 $\times 10^3$

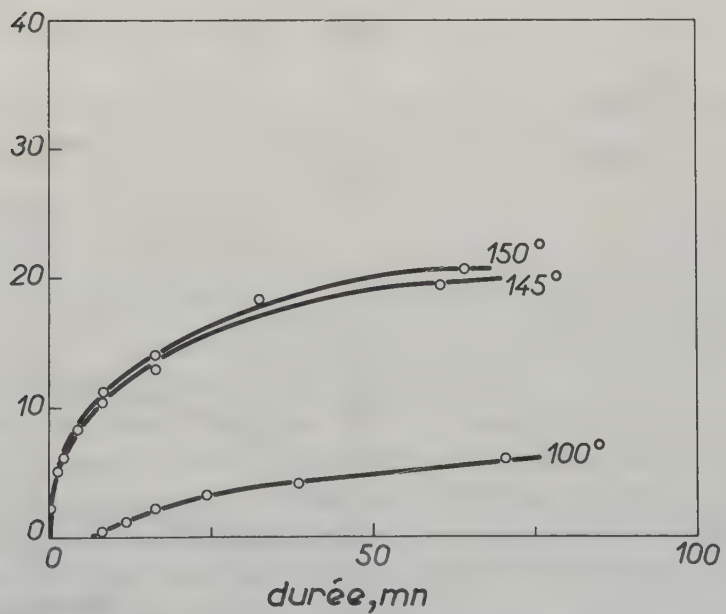


Fig. 52. — Variables S , h et h/σ_0 fonctions de t à différentes températures.
($\dot{\epsilon} = 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) : alliage 3

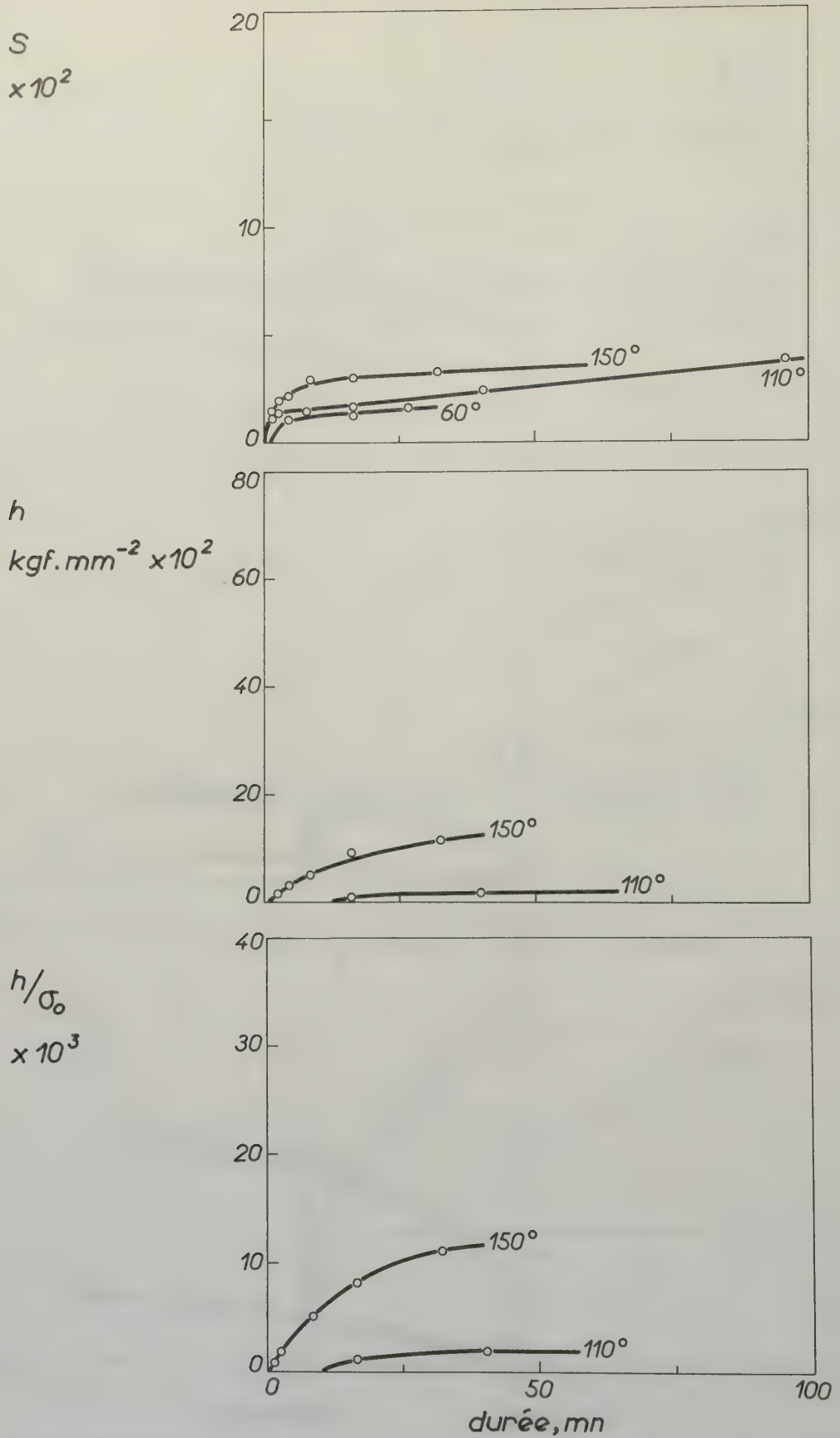


Fig. 53. — Variables S , h et h/σ_0 fonctions de t à différentes températures.
 ($\dot{\epsilon} = 4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) : alliage 4

limite élastique supérieure (fig. 54). Aux températures inférieures et supérieures, un certain temps "d'incubation" est nécessaire avant de pouvoir observer un tel effet (fig. 55 et 56). A 100° et 315°, pour des durées allant jusqu'à 64 mn, nous ne pouvons l'observer (fig. 57). Lorsque la limite élastique supérieure n'apparaît pas, elle est remplacée par la restauration du métal qui s'accompagne d'un taux de consolidation initial important.

Alors qu'entre 200° et 270° la quantité S atteint un maximum, à des températures inférieures, pour les durées de vieillissement réalisées, elle continue à croître en fonction de cette durée. Aux températures supérieures à 270°, S croît, passe par une valeur maximale pour décroître ensuite. La quantité h suit sensiblement la même évolution, mais sa détermination est moins précise que celle de S : c'est ainsi qu'un palier peut exister sans que la limite élastique supérieure soit discernable.

Les valeurs observées au cours de ces essais pour une durée donnée croissent lorsque la température augmente, pour passer par un maximum à 200° et décroître ensuite : 200° représente la température à laquelle l'effet du vieillissement est le plus important. Le même fait est observé par S.L. COULING [91] et K.G. KENT et A. KELLY [60].

Si l'on considère que la cinétique du vieillissement est due à la diffusion des atomes solutés vers les dislocations sous l'effet d'une différence de rayons atomiques (ou de constantes élastiques) avec ceux du solvant, la proportion f d'atomes solutés ségrévés pendant t doit être proportionnelle à $t^{2/3}$ (ou $t^{\frac{1}{2}}$), dans le premier stade où il ne se produit pas d'appauvrissement localisé de la matrice. Si nous supposons, comme le fait G.F. BOLLING [98], que le durcissement S dû au soluté est proportionnel à f , sa représentation logarithmique en fonction de t peut être assimilée, pour des durées allant jusqu'à 8 mn et aux températures supérieures à 200°, à une droite de pente $2/3$, déterminée par la méthode des moindres carrés (fig. 58). L'hypothèse de l'effet de taille qui avait déjà été vérifiée dans l'étude de la variation de la cission du palier athermique en fonction de la concentration (chapitre VI), se trouve à nouveau confirmée par cette cinétique du vieillissement et nous pouvons écrire, selon A.H. COTTRELL et B.A. BILBY [68]

$$f = \frac{n(t)}{n_0} = 3 \left(\frac{\pi}{2} \right)^{1/3} \rho_D \left[\frac{|W_M| D b t}{k T} \right]^{2/3} \dots\dots (7 - 1)$$

où $n(t)$ = nombre d'atomes ségrévés pendant t par unité de longueur de la dislocation dans une région où le nombre initial d'atomes en solution par unité de volume est n_0 ;

D = coefficient de diffusion pour ces atomes ;

ρ_D = densité de dislocations ;

W_M = énergie d'interaction maximale entre atomes solutés et dislocations coins.

(J. FRIEDEL [55] par une autre méthode de calcul arrive à un coefficient égal à π au lieu de $3 \left(\frac{\pi}{2} \right)^{1/3}$ et introduit un coefficient 3 dans la parenthèse).

La formule 7.1 prévoit une augmentation de S avec la température. L'effet contraire se produit, ce qui implique que l'énergie d'ancrage des dislocations diminue lorsque la température augmente ou bien que l'activation thermique intervient dans le processus de désancrage. Ce phénomène, très courant, constitue d'ailleurs la principale critique faite à la théorie proposée. Une variation de la densité des dislocations (formule 7.1) pourrait entraîner également une variation du coefficient que l'on suppose constant.

Par contre, aux températures inférieures à 200°, la cinétique est ralentie, ce qui s'explique par l'effet des cycles, décrit précédemment, qui consiste en une modification de la contrainte d'écoulement.

Remarquons que la seule justification du choix de S repose sur l'accord entre

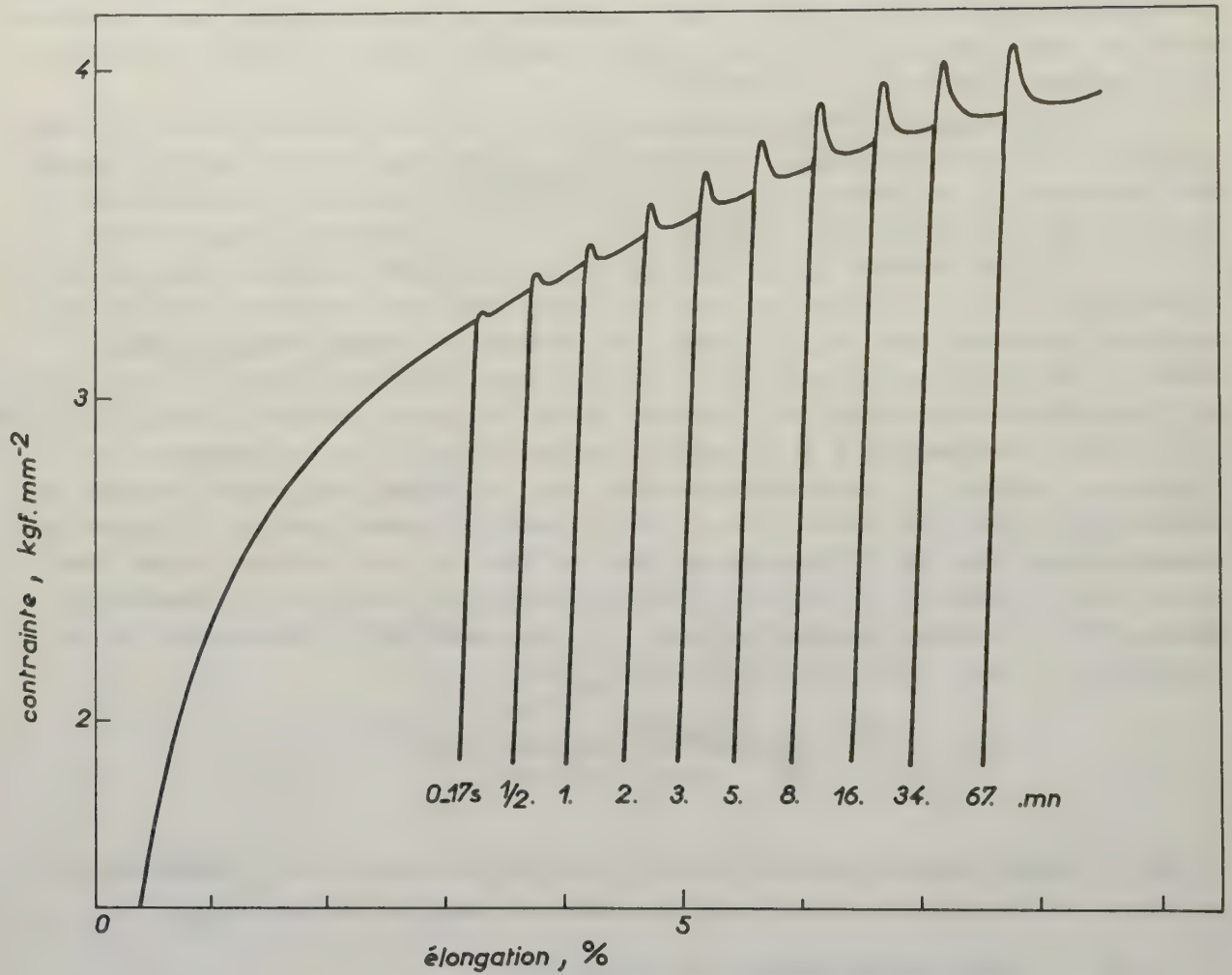


Fig. 54.— Courbe contrainte-déformation pour une éprouvette tractionnée à 250° et ayant subi une série de traitements de vieillissement de durée croissante (Alliage 2).

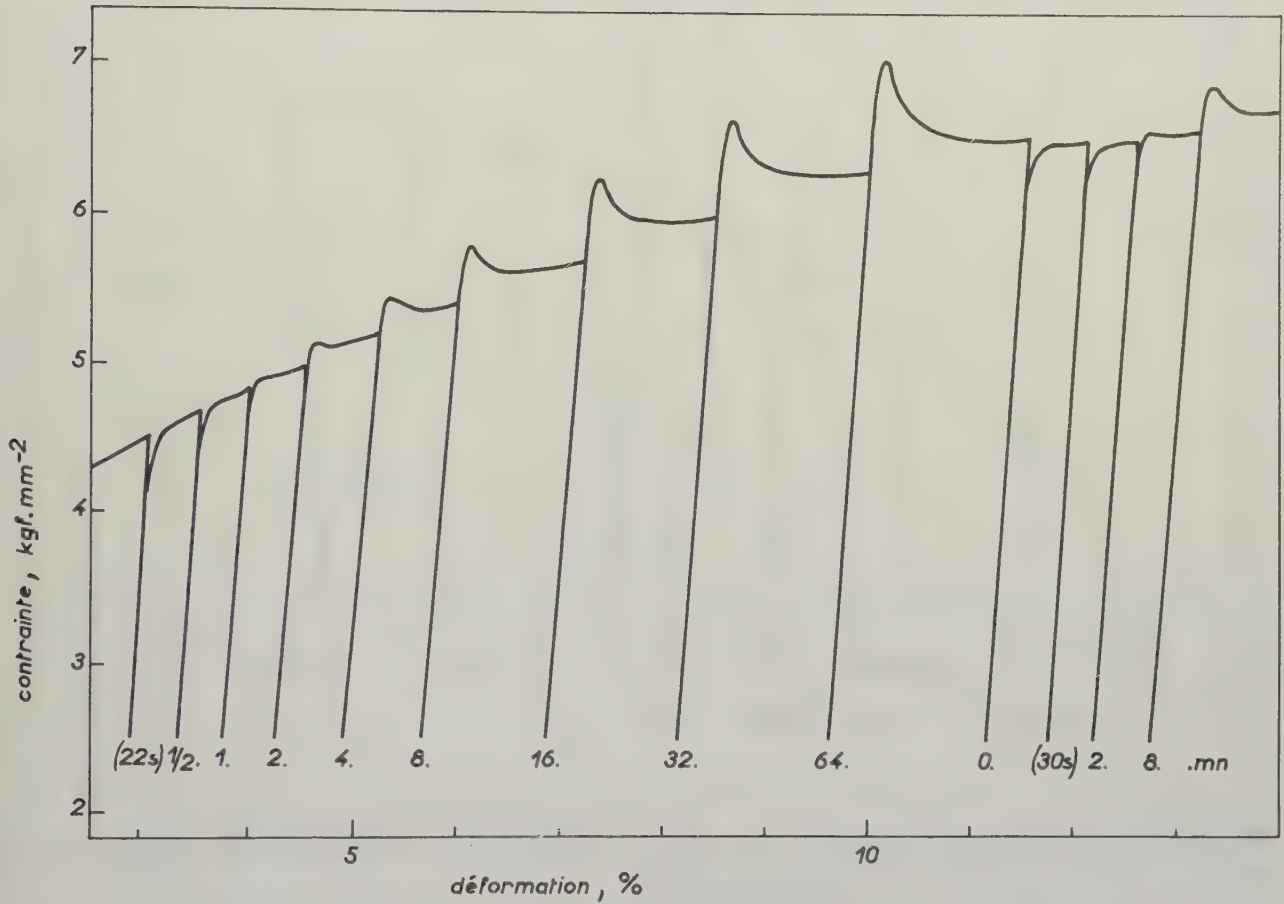


Fig.55.— Courbe contrainte-déformation pour une éprouvette tractionnée à 180° et ayant subi 2 séries de traitements de vieillissement de durée croissante (Alliage 2).

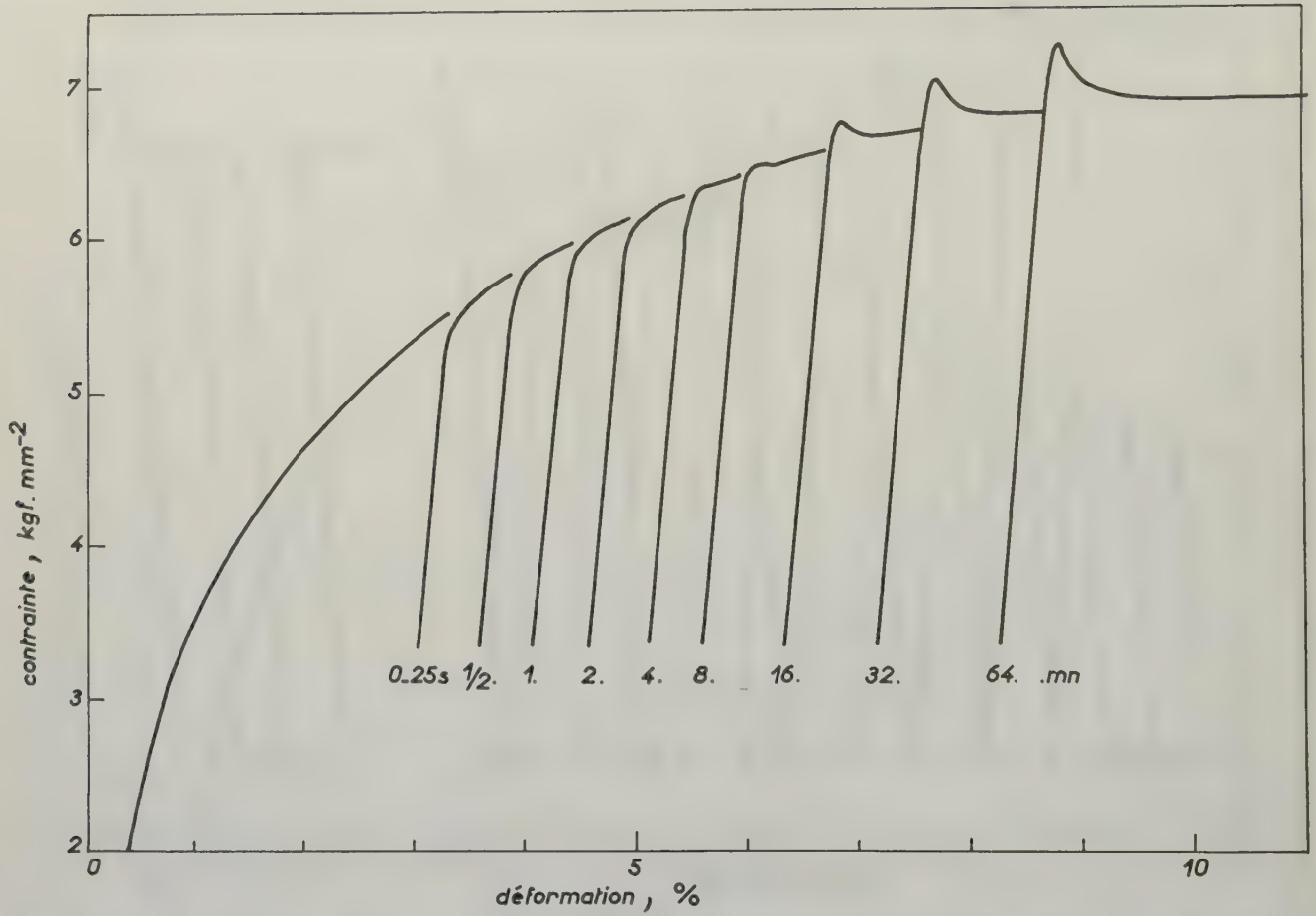


Fig. 56.— Courbe contrainte-déformation pour une éprouvette tractionnée à 150° et ayant subi une série de traitements de vieillissement de durée croissante (Alliage 2).

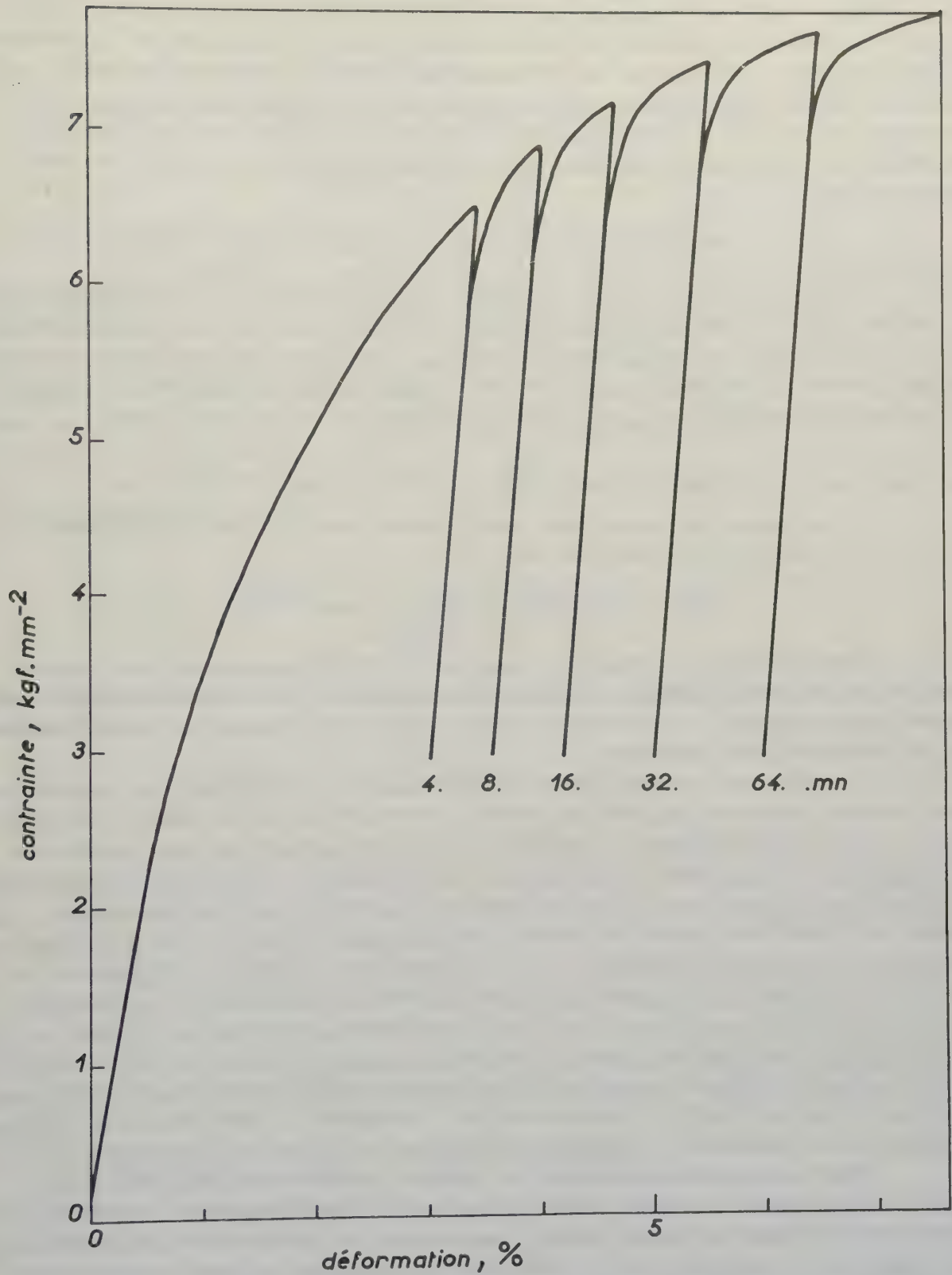


Fig.57.—Courbe contrainte-déformation pour une éprouvette tractionnée à 100° et ayant subi une série de traitements de vieillissement de durée croissante (Alliage 2).

la théorie et l'expérience que nous venons d'obtenir (et d'une certaine façon sur l'hypothèse de COTTRELL-STOKES pour le phénomène d'intersection).

Si l'on suppose que cette transition entre des cinétiques différentes est provoquée par une différence de modes d'ancrage des dislocations par les atomes solutés, $\theta_c = 200^\circ$ peut être considérée à la précision des mesures près comme la température de "condensation ou saturation" pour les dislocations immobiles lorsque la vitesse de traction est nulle, cette température variant d'ailleurs très peu avec la vitesse. Cette température est aussi, dans nos expériences, celle où la durée d'incubation nécessaire à l'observation d'une limite élastique supérieure devient nulle (voir page 127). L'énergie d'interaction maximale est alors donnée par [55] :

$$|W_M| = k T_c L_n \frac{1}{C_0} \quad (7.2) \quad \text{soit : } |W_M| = 0,28 \text{ eV}$$

Cette valeur qui résulte de nos expériences est surestimée, car nous supposons une concentration de l'atmosphère condensée égale à 1, c'est-à-dire que l'on a une dislocation bloquée par une rangée d'atomes solutés parallèle à la ligne. Nous négligeons ainsi la répulsion entre atomes solutés dont la population conserve une entropie de désordre. Une valeur plus communément adoptée [55] de 0,5 pour la concentration de saturation donne :

$$|W_M| = k T_c L_n \frac{0,5}{C_0} \quad \text{soit : } |W_M| = 0,26 \text{ eV}$$

Cette valeur est en bon accord avec la valeur théorique que nous calculons à l'aide des caractéristiques des matériaux purs [55] :

$$|W_M| = 2 \mu \epsilon R_o^3 \left(\frac{1+\nu}{1-\nu} \right) \quad \text{soit : } |W_M| = 0,22 \text{ eV}$$

Notre hypothèse de départ se trouve ainsi vérifiée : au dessous de la température critique, la limite élastique est provoquée par un ancrage des dislocations par un nuage condensé d'atomes solutés ; et au dessus de cette température, l'ancrage est réalisé par un nuage de dimensions plus importantes.

A 290° , pour les faibles durées de vieillissement, il se produit une restauration initiale du métal, mais avec un palier de contrainte d'écoulement, correspondant à une chute nulle de charge à la limite élastique supérieure. Il y a alors compétition entre la restauration du métal et le durcissement dû à l'ancrage des dislocations. C'est ainsi qu'apparaît une limite élastique supérieure avant qu'une augmentation de la contrainte d'écoulement ne se produise. Et l'importance relative du durcissement par rapport à la restauration s'inverse ensuite pour des durées plus grandes. A 315° , quelle que soit la durée de vieillissement, la restauration est complète. Par contre, à 150° par exemple, l'augmentation de la contrainte d'écoulement se produit avant l'apparition d'une limite élastique supérieure. Et lorsque le temps de vieillissement augmente, nous n'observons pas de diminution des variables caractéristiques. Le type de restauration qui est visible pour des faibles durées est donc différent de celui qui se produit à 300° ; la restauration doit correspondre à basse température à un réarrangement des dislocations et à haute température à une montée des dislocations coins.

Nous avons essayé d'interpréter la durée de vieillissement qui produit pour la première fois un crochet à la limite élastique supérieure à basse température comme la durée nécessaire à la diffusion des atomes solutés pour atteindre les dislocations et les saturer de façon stable. Ceci revient à dire qu'une limite élastique supérieure ne peut se produire que lorsque le nuage ancrant la dislocation est constitué par une rangée d'atomes solutés à la distance minimale de celle-ci. Cette durée est donnée par l'équation 6.1 que l'on a transformée :

$$t_s = \left[\frac{c_1 b^2}{3 \left(\frac{\pi}{2} \right)^{1/3} c_o} \right]^{3/2} \frac{k T}{|W_M| Db} \quad \dots \quad 7.1b$$

où C_1 = concentration de saturation prise égale à 1 ;

D = coefficient de diffusion de l'atome soluté = $D_o \exp - \frac{E}{RT}$ d'où :

$$L_n \frac{t_s}{T} = L_n K + \frac{E}{kT}$$

K = étant une constante qui dépend de la nature du matériau.

La représentation graphique de $L_n \frac{t_s}{T}$ en fonction de $\frac{1}{T}$ (fig. 59) nous fournit une valeur pour l'énergie d'activation moyenne entre 150° et 200° de 1,08 eV (25 000 cal.mole⁻¹), valeur inférieure à celle de l'énergie d'autodiffusion du magnésium : $E = 1,4$ eV [106] ($E_m = 0,5$ eV, $E_f = 0,89$ eV) mais voisine de celle de la diffusion de l'yttrium dans le magnésium pour les faibles concentrations : $E_y = 1,14$ eV (27 500 cal.mole⁻¹). L'extrapolation ne s'applique pas à 100°, température à laquelle une durée de vieillissement de 15 h ne permet pas de durcissement.

La formule 7.1b appliquée aux conditions trouvées à 150° ($t_s = 8$ mn) donne pour les deux paramètres C_1 et D :

$$\frac{D}{(C_1)^{3/2}} = \frac{k T b^2}{t_s |W_M| \left| 3 \left(\frac{\pi}{2} \right)^{1/3} C_o \right|^{3/2}} = 2.10^{-16} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

valeur que nous comparons à celle obtenue en remplaçant D par sa valeur (chapitre V) et C_1 par 1 :

$$\frac{D}{(C_1)^{3/2}} = 1.10^{-16} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$$

Les deux valeurs sont du même ordre de grandeur. Notre hypothèse qui suppose que la durée d'incubation est celle nécessaire à la saturation des dislocations au dessous de 200° se trouve ainsi vérifiée. Mais cette hypothèse ne permet pas d'expliquer la variation du durcissement avec la durée du vieillissement.

Nous avons supposé jusqu'à présent que la condensation est possible. C'est ce que nous vérifions maintenant. [109]. Pour un alliage de concentration atomique C_o , le nombre d'atomes solutés par unité de volume est $C_o N$ avec N , le nombre d'atomes par unité de volume = b^{-3} . La densité de dislocations étant ρ , le nombre d'atomes solutés nécessaires pour avoir saturation dans l'unité de volume ($C_M = 1$) est $\rho \cdot b^{-1}$, b étant la distance interatomique.

La condition nécessaire à la saturation est donc :

$$C_o \cdot b^{-3} \geq \rho \cdot b^{-1}$$

ou :

$$C_o \cdot b^{-2} \geq \rho$$

soit pour l'alliage 2 :

$$\rho \leq 9 \cdot 10^{12} \text{ cm}^{-2}$$

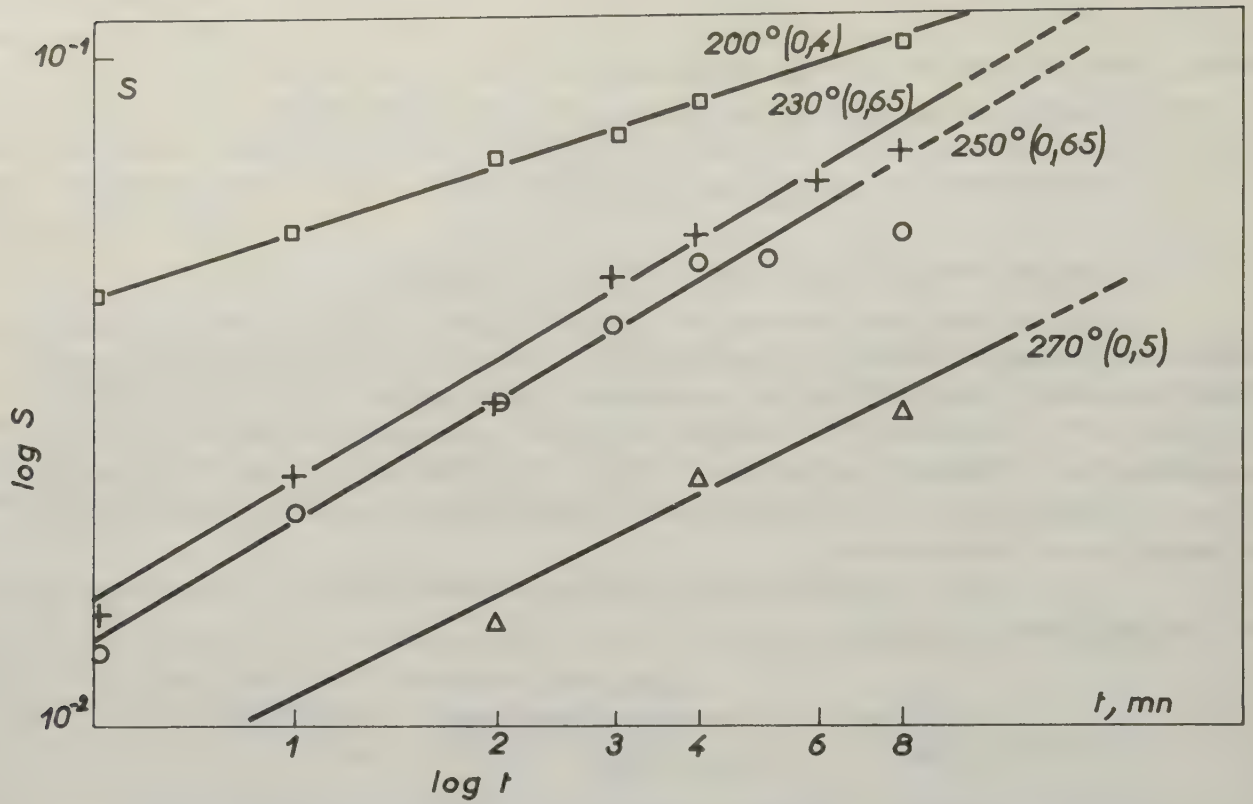


Fig. 58.— Alliage 2 ; $\log S$ fonction de $\log t$ à diverses températures .

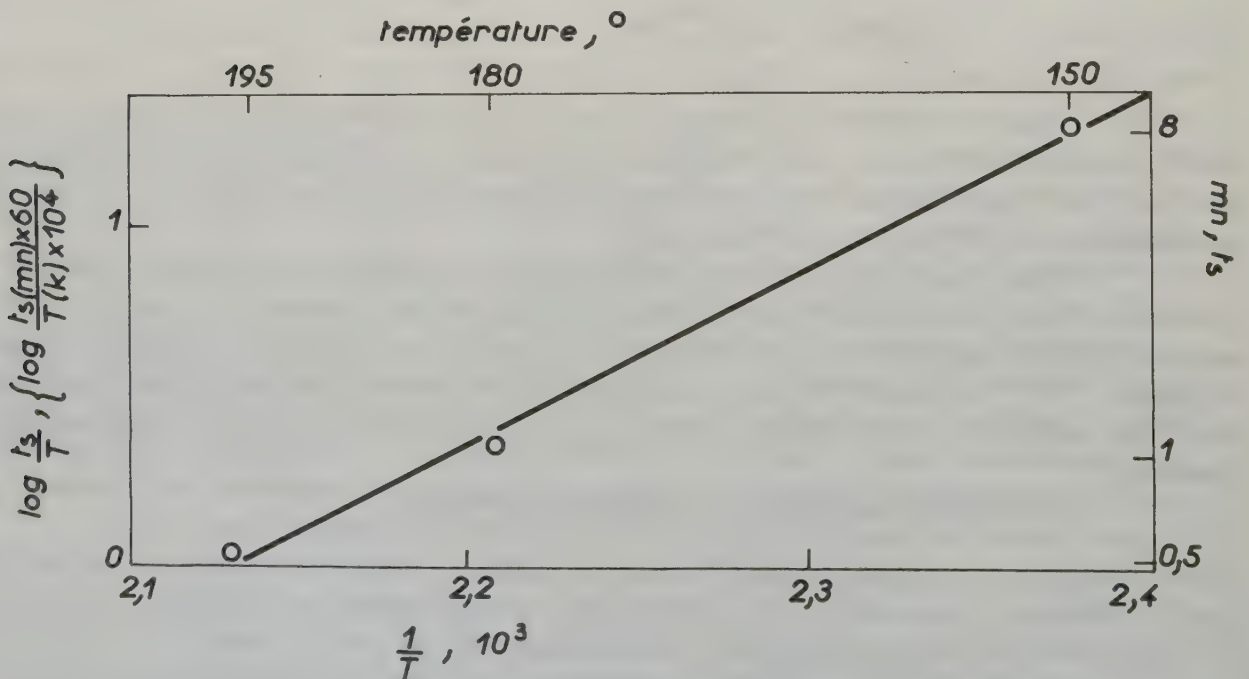


Fig. 59.— Alliage 2 ; $\log \frac{t_s}{T}$ fonction de $\frac{1}{T}$ dans la région 1 .

Cette condition est toujours réalisée lorsque le métal n'est pas trop écroui. Lorsque les atomes solutés sont rassemblés sous forme d'un nuage autour de la dislocation, ce nuage s'étend jusqu'à un rayon r_0 tel que l'énergie d'interaction $W(r, \theta)$ est contrebalancée par l'énergie thermique fournie, kT , d'où :

$$r_0 = \frac{1,615 b}{T}$$

soit dans le domaine de température considéré : $r_0 = 3 b$.

En conclusion, nous constatons que dans la région I (aux températures inférieures à 200°), le crochet sur la courbe de traction n'apparaît que lorsqu'une atmosphère condensée s'est formée sur la dislocation. La force d'interaction est bien provoquée par un effet de taille. L'étude de la cinétique de vieillissement montre que dans ce domaine, il se produit une évolution qui ne peut s'expliquer par le phénomène d'ancrage proposé. De même, dans la région I, nous constatons que cette cinétique à une température donnée suit une loi proposée par A.H. COTTRELL lorsque l'interaction est due à l'effet de taille ; mais nous savons que l'atmosphère est étendue et constituée spontanément. Dans la zone I, une densité importante de dislocations pourrait rendre compte du vieillissement, qui serait lié intimement à l'écrouissage. Dans la zone I', il faudrait sans doute supposer qu'il se produit une diffusion, le long des dislocations, qui retarderait la constitution de l'atmosphère, ou bien que la force d'interaction, tout en étant de la même forme, n'est pas aussi grande. La température de transition entre ces deux domaines correspond bien au changement de nature de l'atmosphère formée autour de la dislocation.

b) Alliage 3

Pour une concentration en yttrium supérieure à celle de l'alliage 2, nous observons entre 200° et 300° un écoulement plastique discontinu au cours des essais simples de traction effectués à la vitesse de $4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Pour ces températures, la contrainte initiale d'écoulement plastique reste à peu près insensible à la température, comme il est observé d'habitude dans un tel cas (chapitre IV). Un tel comportement existait dans l'alliage 2 au voisinage de 250°, mais son caractère peu accentué le rendait difficilement discernable.

Dans le cas de l'alliage 3, aux températures inférieures à celles pour lesquelles nous observons cet écoulement discontinu, le comportement est identique : l'alliage peut être vieilli statiquement, un "temps d'incubation" est nécessaire avant l'apparition d'une limite élastique supérieure. Ce vieillissement peut se produire à des températures plus basses que pour l'alliage 2, mais un vieillissement de 18^{H} à 50° n'a pour effet que d'augmenter la contrainte d'écoulement ultérieure. La figure 49 donne les domaines d'existence de ces vieillissements pour diverses vitesses de traction.

Il existe donc une transition entre deux types de vieillissement. La température de transition, $T_c = 453 \text{ K}$, pour la vitesse la plus faible, peut être considérée comme la température de condensation : l'énergie d'interaction que nous calculons à l'aide de la formule 7.2, $W_M = 0,22 \text{ eV}$, est égale à l'énergie théorique. Le type d'ancrage réalisé est donc responsable du changement du mécanisme de vieillissement. C'est ce que nous tentons de vérifier : l'alliage 2 est vieilli statiquement à 250°, l'alliage 3 à 150°, pendant 16 mn sur la machine de traction ; un refroidissement rapide (d'une durée de l'ordre de 5 mn) est réalisé sous faible charge sur la machine et la déformation est reprise à plus basse température. L'alliage 2 ne présente plus de limite supérieure, mais l'alliage 3 redonne une limite supérieure à 100° et un accroissement de la contrainte d'écoulement à 50°. Ainsi, l'ancrage réalisé dans le domaine I est plus efficace que celui réalisé dans le domaine I' ou II. Remarquons

qu'un vieillissement identique à celui obtenu dans le domaine I' est observé avec l'alliage 3 lorsque la vitesse de déformation est supérieure à la vitesse nominale. L'importance du vieillissement dynamique décroît alors.

L'écoulement plastique discontinu se traduit par des oscillations qui apparaissent sur la courbe de traction à des températures inférieures à 300° dès le début de la déformation plastique. Lorsque l'on considère des températures décroissantes, on constate que ces oscillations commencent à être limitées aux faibles déformations (300° correspond à leur disparition après 2 % d'allongement). Puis le domaine d'existence augmente jusqu'à ce que toute la courbe soit intéressée (vers 250°), avec une fréquence et une amplitude plus grandes lorsque la température décroît ou lorsque la déformation augmente.

c) Alliage 4

L'alliage 4 présente un comportement identique à celui de l'alliage 3. Mais la température de transition, à laquelle peut être rattachée une énergie d'interaction inférieure à la valeur théorique, ne représente plus la limite entre les deux types d'épinglage mentionnés pour l'alliage 3. En effet, au durcissement de solution solide s'ajoute un durcissement de précipitation dans cette zone de température. Ceci entraîne une diminution de la valeur efficace de la concentration de la solution solide et l'apparition de points d'ancrage ne résultant pas de la diffusion athermique, que sont les précipités.

L'ensemble des essais ainsi effectués nous permet de tracer complètement les domaines d'existence des vieillissements pour la vitesse nominale et pour les vitesses de $4,17 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et $4,17 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Nous voyons que le domaine d'existence II varie avec la vitesse : l'effet de ce paramètre est étudié au paragraphe suivant. Le domaine I varie aussi légèrement avec la vitesse, mais sa délimitation aux basses températures est due à un effet structural. En effet, [91] pour qu'une limite élastique supérieure se produise au cours d'un essai de traction, une bande de LÜDERS doit se produire à la limite supérieure et se propager, à plus basse contrainte, à travers la section réduite de l'éprouvette durant la déformation à la limite. Or, si une bande de LÜDERS doit se propager, une déformation quasi homogène doit être transmise de grains à grains à travers l'éprouvette ; ceci ne peut se produire que si les grains individuels possèdent un nombre de modes de déformation plastique suffisant pour assurer les changements de forme arbitraires. Le chapitre V rappelle les modes possibles et le chapitre VI indique que le taux de consolidation augmente lorsque la vitesse augmente. Ainsi une bande de LÜDERS se propagera d'autant plus facilement à une température donnée que la vitesse est plus basse et disparaît aux basses températures pour lesquelles le nombre de modes de déformation est insuffisant.

C - INFLUENCE DE LA VITESSE

a) Vieillissement statique

Pour mettre en évidence l'influence de la vitesse sur la limite élastique supérieure, nous procédons à des variations cycliques de vitesse dans un rapport de 10 autour de la vitesse nominale de $4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, en cours de déformation, avec un maintien de vieillissement de durée constante entre chaque cycle.

Sur l'alliage, les essais sont réalisés à 150°, 200°, 250° et 300°. A 150° (fig. 60), nous constatons que l'importance du crochet diminue lorsque la vitesse augmente et s'annule pour la vitesse maximale. La même évolution se produit à 200° (fig. 61), mais la limite élastique supérieure subsiste à la grande vitesse. La forme des courbes indique que ce comportement est dû en partie à la variation du taux de consolidation avec la vitesse. A 250° (fig. 62),

le sens de variation s'inverse : lorsque la vitesse augmente, nous passons d'un palier à un crochet. Le même phénomène se produit à 300° (fig. 63) de façon plus accentuée. Nous remarquons en outre une variation simultanée de l'importance de la chute de charge et de son caractère subit. Une telle évolution correspond à une déformation activée thermiquement, pour laquelle la température et la vitesse ont une action opposée. De tels essais concordent donc avec ceux où la température et la durée de vieillissement varient : aux températures inférieures à 200°, le durcissement structural provoqué par le réseau de dislocations et les joints de grains est prépondérant. Aux températures supérieures à 200°, c'est l'aspect thermiquement activé de la formation du crochet qui est mis en évidence.

Dans le cas des alliages 3 (fig. 64) et 4, aux basses températures, les caractéristiques liées au domaine I se manifestent par l'existence d'une limite supérieure à toutes les vitesses. Nous notons l'influence de la vitesse sur la contrainte d'écoulement ultérieure (influence déjà mentionnée au chapitre IV). Au durcissement structural spécifique à l'alliage 2, se superpose le durcissement provoqué par les précipités.

b) Vieillissement dynamique

Dans l'alliage 3 au dessus de 200°, le vieillissement dynamique se manifeste. Lorsque la vitesse passe de $4,17 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ à $4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, la fréquence des crochets diminue, leur forme devient plus tourmentée et la déformation à laquelle ces crochets disparaissent à haute température augmente. La température inférieure d'apparition se déplace également vers les basses températures. A la vitesse de $4,17 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ et entre 200° et 250°, les crochets ne sont plus visibles dès le début de la déformation plastique. En fin de déformation se produisent des paliers de charge. Dans le domaine de l'écoulement continu, nous pouvons alors obtenir un vieillissement statique par déformation. L'écoulement discontinu qui ne se produit qu'en fin de déformation est couramment rencontré dans les alliages qui présentent le phénomène de vieillissement dynamique : on suppose qu'il est nécessaire d'atteindre une certaine déformation pour que les atomes solutés diffusent plus rapidement par l'intermédiaire des lacunes introduites par la déformation pour former des nuages susceptibles de provoquer cette instabilité mécanique. Il existe donc une vitesse de transition au voisinage de $4,17 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Le caractère thermique de la disparition de l'écoulement discontinu nous permet de déterminer l'énergie d'activation associée (fig. 65) :

$$\Delta H = 67 \text{ Kcal.mole}^{-1} = 2,9 \text{ eV}$$

Cette valeur est élevée et ne peut pas être rapprochée de celle de l'énergie d'activation de la diffusion. Un tel résultat semble donc exclure a priori tout modèle de déformation faisant intervenir la diffusion des atomes solutés vers ou avec les dislocations, modèle qui rend compte de l'écoulement discontinu comme nous le verrons à l'alinéa III.

Nous répétons ici que la vitesse a aussi pour effet, lorsqu'elle augmente, de diminuer la contrainte d'écoulement moyenne.

Dans l'alliage 4, nous constatons que ces phénomènes sont beaucoup plus marqués : l'amplitude des crochets augmente, leur forme tourmentée s'accroît et l'écoulement discontinu existe à toutes les vitesses. A la disparition du phénomène, aux températures élevées, est associée une énergie voisine de celle de l'alliage 3.

D - INFLUENCE DE LA CONCENTRATION

Dans la région I, où se produit le vieillissement statique, à la même température (150°), la variable S est sensiblement la même pour les alliages 2 et 3 et moindre pour l'alliage 4. La variable $\frac{h}{\sigma_0}$ suit sensiblement la même évolution. Les alliages 2 et 3

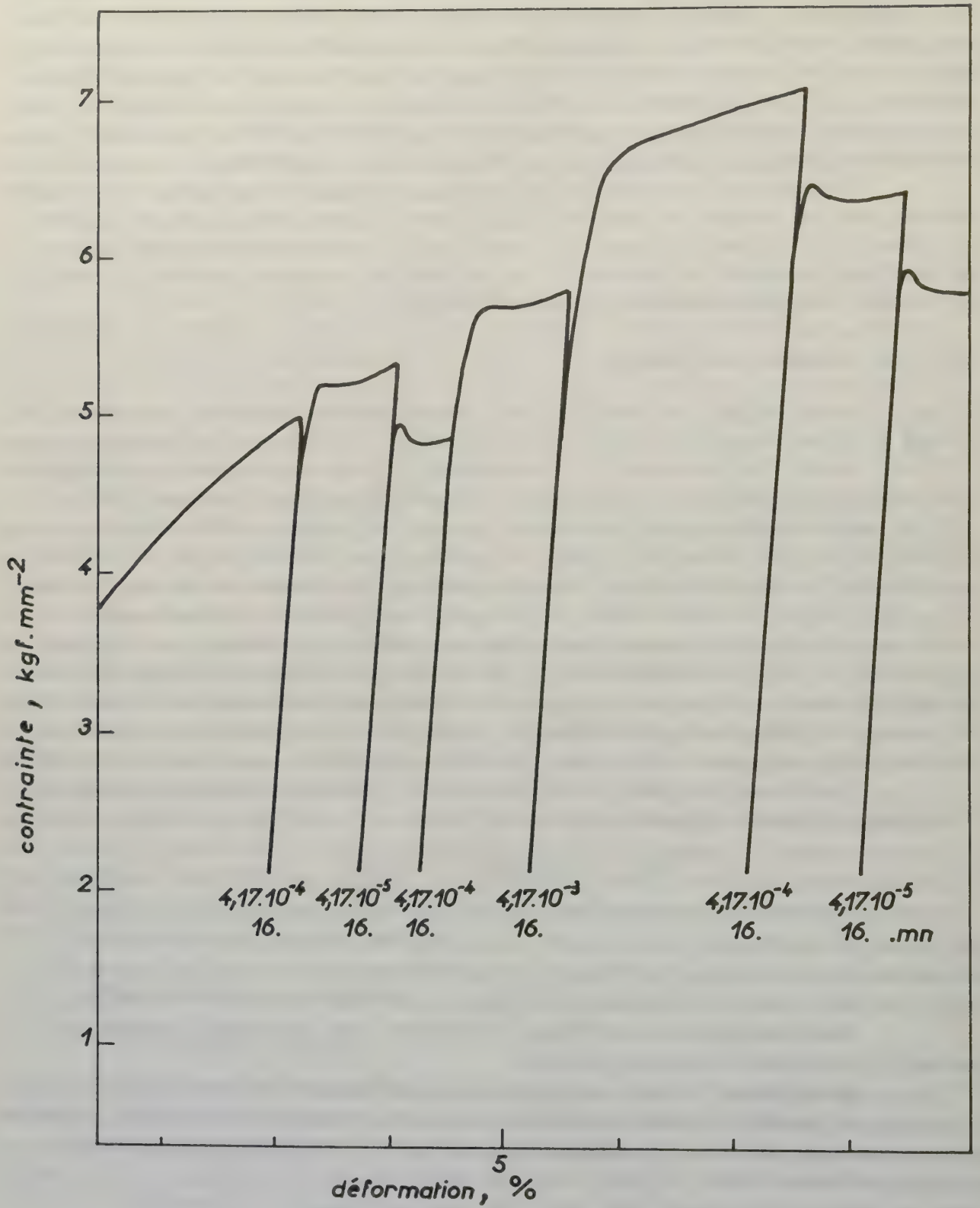


Fig. 60.— Courbe contrainte-déformation pour une éprouvette tractionnée à diverses vitesses à 150° . Durée de vieillissement = 16 mn (Alliage 2).

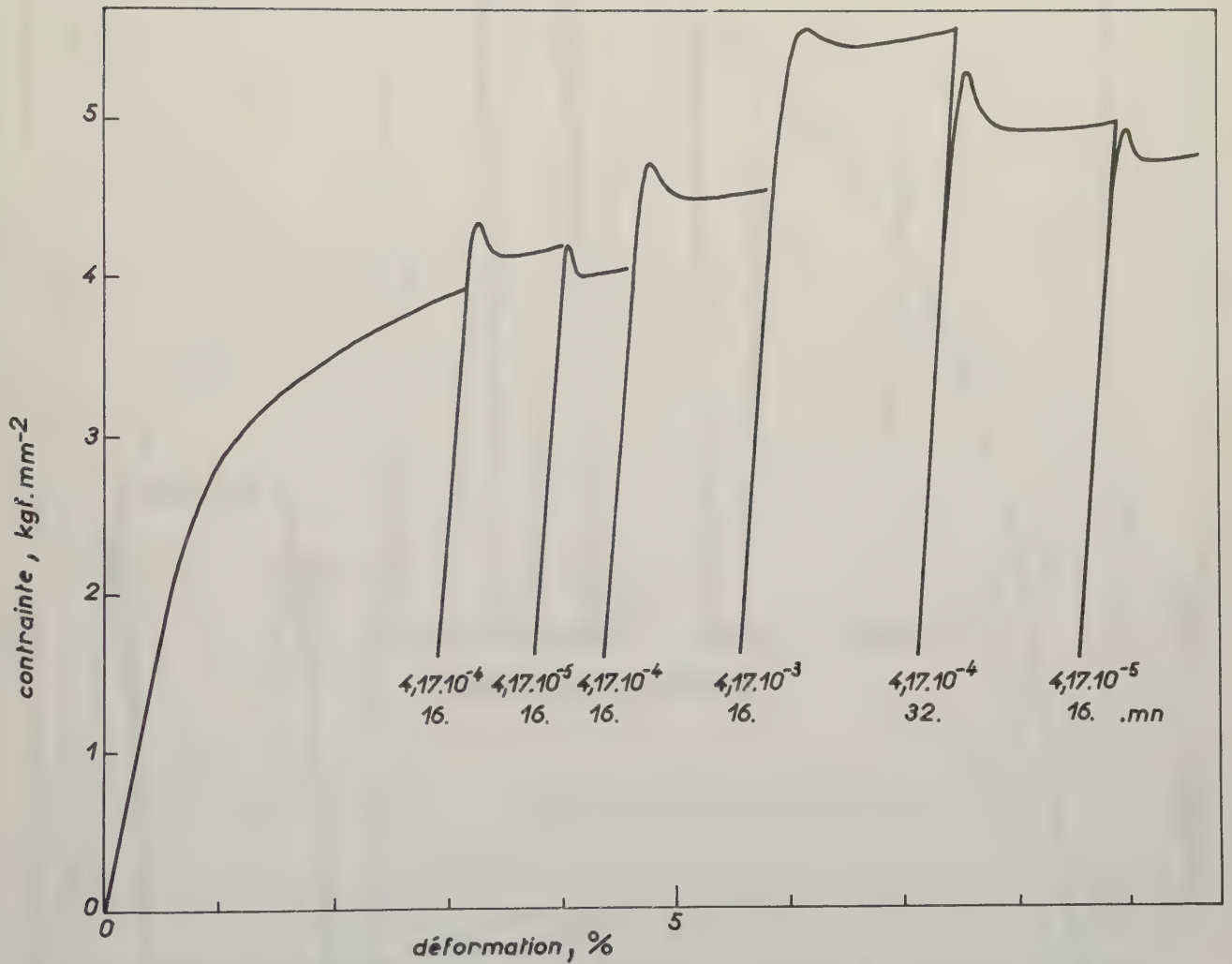


Fig. 61.— Courbe contrainte-déformation pour une éprouvette tractionnée à diverses vitesses à 200°. Durée de vieillissement indiquée sur la figure (Alliage 2).

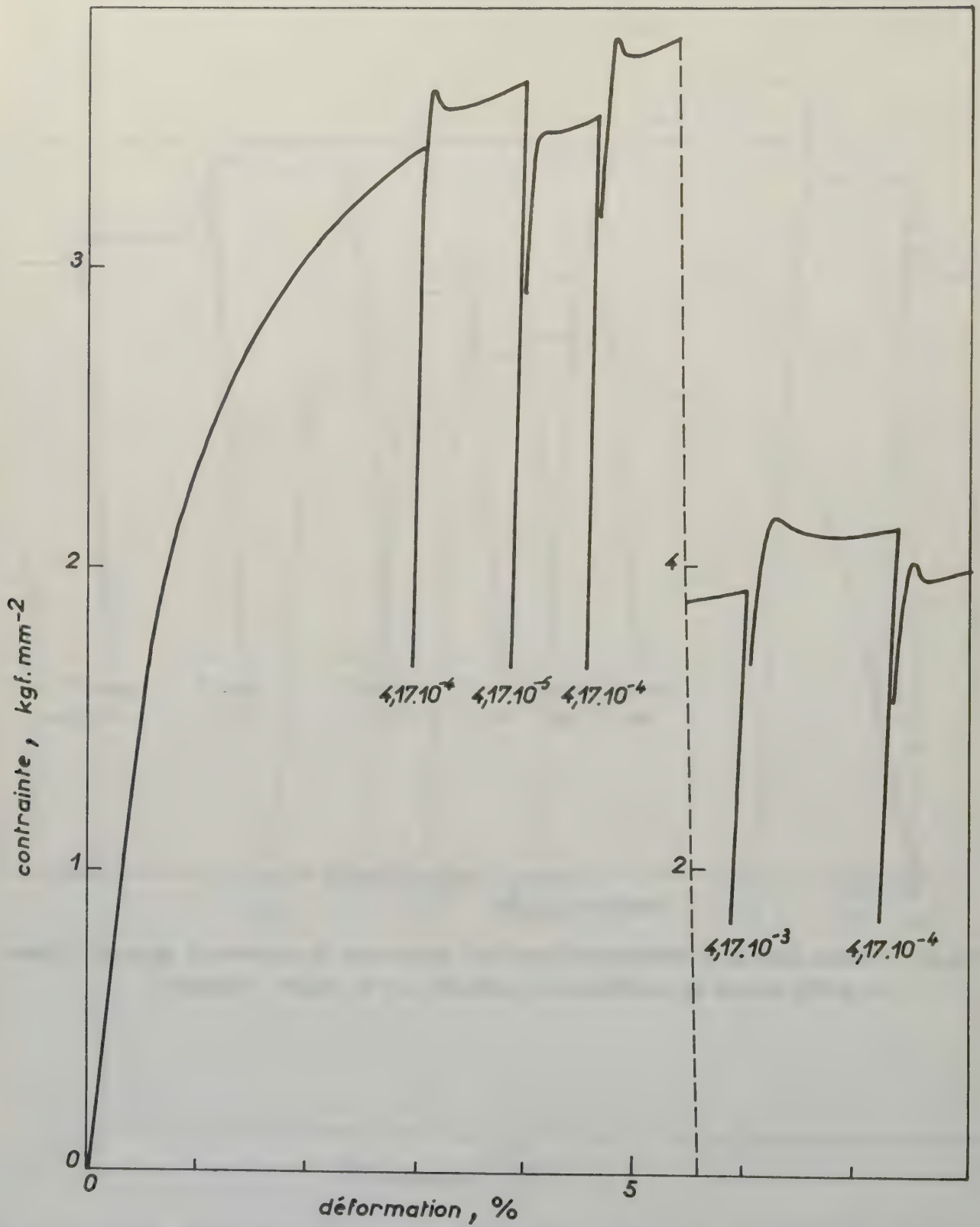


Fig. 62.— Courbe contrainte déformation pour une éprouvette tractionnée à diverses vitesses à 250° . Durée de vieillissement 16 mn (Alliage 2) .

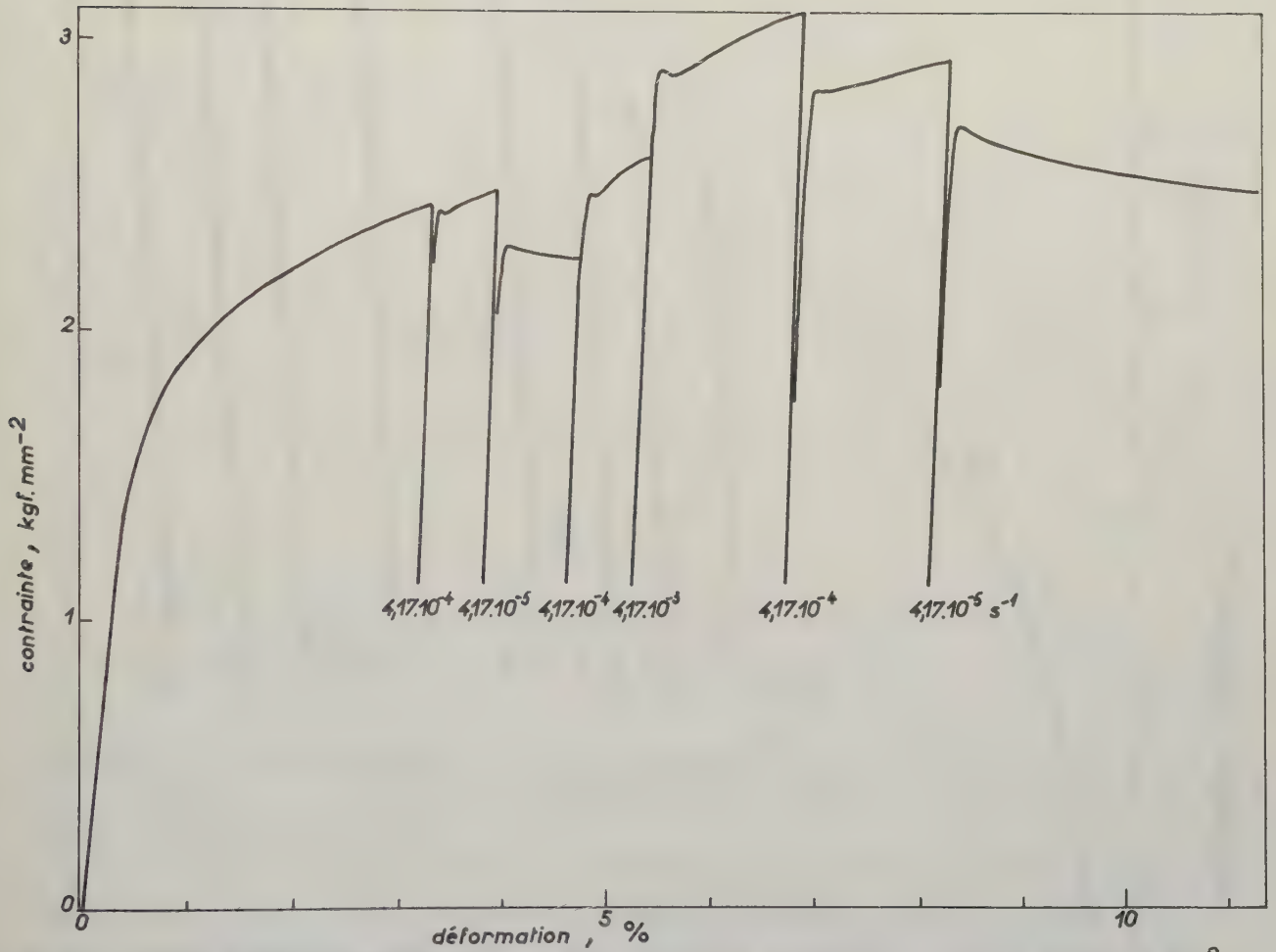


Fig. 63.— Courbe contrainte-déformation pour une éprouvette tractionnée à diverses vitesses à 300°. Durée de vieillissement = 16 mn (Alliage 2).

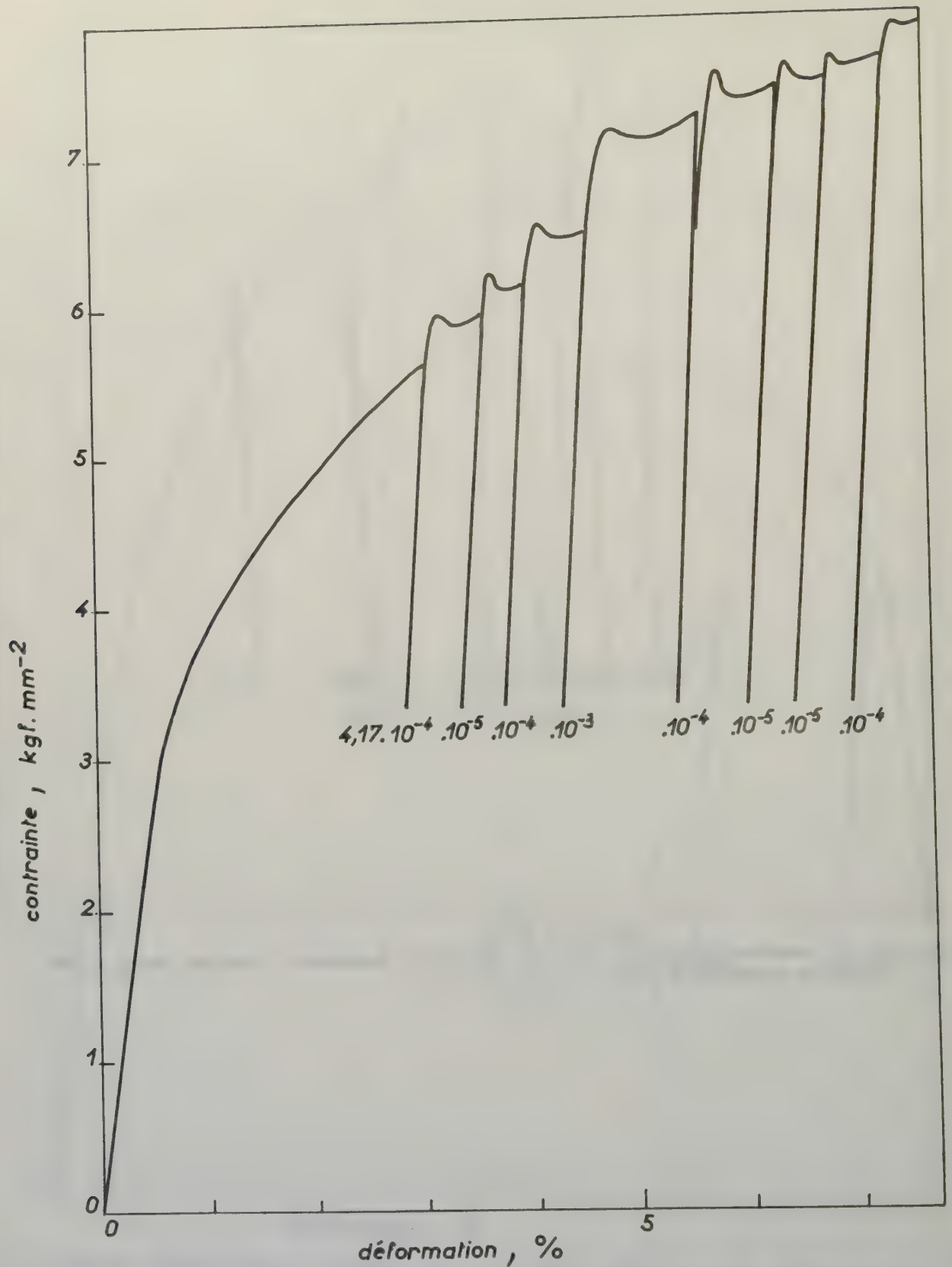


Fig. 64.— Courbe contrainte-déformation pour une éprouvette tractionnée à diverses vitesses à 150° . Durée de vieillissement = 16 mn (Alliage 3) .

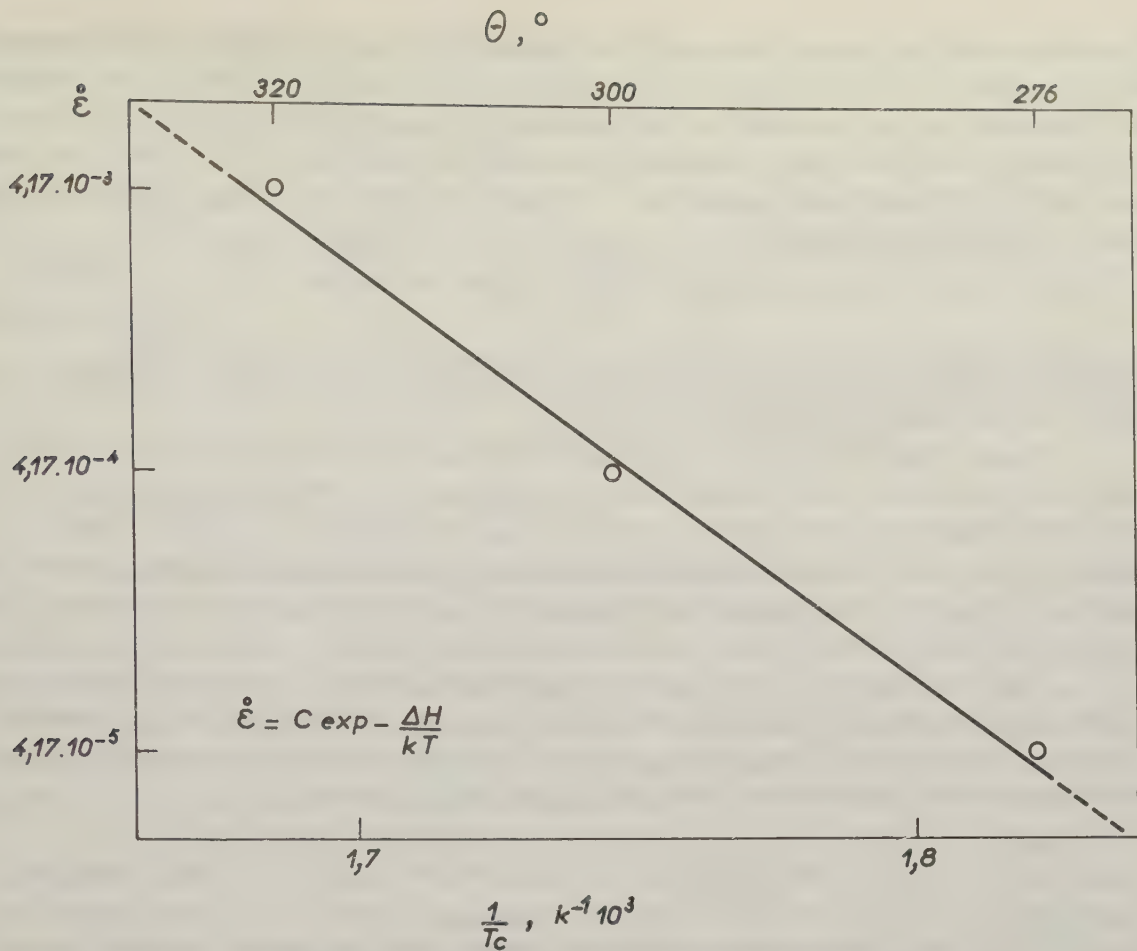


Fig. 65 - Influence de la vitesse sur la température de disparition de l'écoulement discontinu. Détermination de l'énergie d'activation (Alliage 3).

présentent donc un vieillissement statique plus important que l'alliage 4. Pour les deux premiers alliages, nous sommes en présence du même mécanisme. Pour l'alliage 4, la précipitation joue un rôle important.

Dans les régions I' et II, nous constatons que le fait d'augmenter la concentration en yttrium a pour effet d'introduire d'abord et d'accentuer ensuite le phénomène de vieillissement dynamique. Ceci tendrait à prouver que ce phénomène est favorisé par un procédé de diffusion à courte distance.

III - INTERPRETATION

La discussion des résultats expérimentaux nous conduit à proposer diverses explications contradictoires sur l'origine du vieillissement que nous observons. Nous rappelons brièvement les théories et regardons dans quelle mesure elles sont infirmées ou confirmées par nos résultats.

A - LIMITE ELASTIQUE SUPERIEURE

Une limite élastique supérieure est provoquée par un nombre initial insuffisant de dislocations mobiles (de l'ordre de $10^3, 10^4 \text{ cm}^{-2}$). Cette insuffisance est due soit à une

faible densité initiale de dislocations, soit à l'épinglage d'un grand nombre de dislocations par les atomes solutés. La limite élastique supérieure apparaît lorsque le nombre de dislocations mobiles augmente, ce qui se produit si les dislocations immobilisées se libèrent de leurs points d'ancrage (cas d'une force d'ancrage suffisamment faible) ou s'il se produit une multiplication rapide de dislocations mobiles et si celles-ci se déplacent ensuite avec une vitesse v obéissant à une relation du type :

$$v = \left(\frac{\tau}{\tau_0} \right)^m$$

τ_0 étant la contrainte correspondant à la vitesse unitaire et τ la contrainte appliquée. L'exposant m doit rester assez faible [106].

Ainsi, dans le domaine I, où nous constatons que le vieillissement a un effet permanent sur la suite de la déformation, un tel mécanisme de multiplication semble très probable. Nous supposons alors que la force d'ancrage importante ne peut être vaincue. La prolongation de la durée de vieillissement entraîne une redistribution des atomes solutés entre les dislocations qui existaient initialement et celles qui apparaissent. L'activation des sources possibles devient plus difficile et le crochet augmente d'amplitude.

Dans le domaine I, l'ancrage réalisé est plus faible : les atomes solutés constituent alors un nuage étendu autour des dislocations. A.H. COTTRELL et M.A. JASWON [110] ont montré que, au dessous d'une vitesse critique v_c à laquelle correspond une contrainte τ_c , la dislocation entraîne l'atmosphère avec elle, à une vitesse donnée par :

$$v = \left(\frac{\tau}{\tau_0} \right) v_c \quad \{ m = 1 \}$$

avec $v_c = \frac{4 D}{l}$; D = coefficient de diffusion du soluté dans la matrice parfaite ; l rayon de l'atmosphère = $\frac{4 \mu b \epsilon R_0^3}{k T} \approx k T$, et $\tau_c = 17 |W_M| c_0 N = 68 \mu \epsilon R_0^3 N c_0$

avec N = nombre total d'atomes par unité de volume. A la vitesse critique, correspond la vitesse macroscopique :

$$\dot{\gamma}_{pc} = \rho b v_c = \frac{\rho b 4 D k T}{4 \mu b \epsilon R_0^3} = \frac{\rho D k T}{\mu \epsilon R_0^3} \dots\dots 7.3$$

soit pour $\rho = 10^8 \text{ cm}^{-2}$, $\mu = 1,75 \cdot 10^{11} \text{ dynes.cm}^{-2}$, $\epsilon = 0,131$ et $R_0 = 1,6 \cdot 10^{-8} \text{ cm}$:

$$\dot{\gamma}_{pc} = 1,4 \cdot 10^5 D T \text{ en C.G.S}$$

Cette vitesse augmente avec la température et atteint à 250° ($T = 523 \text{ K}$, $D = 5 \cdot 10^{-14} \text{ cm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) la valeur :

$$\dot{\gamma}_{pc} = 5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$$

valeur voisine de la vitesse nominale de traction dans le domaine I' : vers les basses températures, la vitesse de déformation imposée est supérieure à cette vitesse critique et les dislocations s'échappent de leur atmosphère, ce qui se traduit par un crochet sur la courbe de traction. Vers les hautes températures, la dislocation se déplace avec son atmosphère à une vitesse donnée par l'équation 7.3 qui est bien du type requis, avec un exposant égal à 1, pour la formation d'une limite élastique supérieure que nous observons ainsi à 300° plus aisément aux faibles vitesses. La vitesse de déformation plastique est alors :

$$\dot{\gamma}_p = \frac{\dot{\gamma}_z}{3} = \frac{\rho b}{3} \frac{\sigma}{\sigma_c} v_c = \rho b \sigma \frac{v_c}{\tau_c} = \frac{\rho D k T \sigma}{68 N c_0 \mu^2 \epsilon^2 R_0^3}$$

Cette formule est remplacée par J. FRIEDEL [55] par

$$\epsilon_p = \frac{2 \rho D \sigma b^3}{k T}$$

où C_o n'intervient pas.

Cette formule s'identifie avec la formule plus générale proposée par J.W. WEERMAN [111] lorsque l'on suppose que ρ augmente comme le carré de la contrainte appliquée.

Un tel modèle n'entraîne cependant pas d'influence de la durée de vieillissement, contrairement à ce que nous observons. Il faudrait alors supposer une cinétique de formation du nuage, ou de l'ancrage, différente de celle que nous avons proposée.

B - ECOULEMENT PLASTIQUE DISCONTINU

On considère [55] que l'écoulement plastique discontinu est la superposition au cours de la déformation d'une série de crochets. On constate généralement qu'une certaine déformation est nécessaire pour leur apparition : cette déformation introduit des lacunes supplémentaires et augmente ainsi la diffusivité du soluté qui forme alors des nuages autour des dislocations. Et après une certaine déformation, le phénomène disparaît lorsque les nuages sont entraînés par les dislocations. Les crochets obtenus sont de même nature que ceux qui se produisent après vieillissement statique.

Nous obtenons ce phénomène dès le début de la déformation : l'ancrage est donc bien instantané, comme nous avons été amenés à le supposer. Cet ancrage est plus efficace lorsque la concentration en yttrium augmente, car, absent dans l'alliage 2, ce phénomène est plus important dans l'alliage 4 que dans l'alliage 3. Ceci peut être dû soit à une concentration plus élevée du nuage en atomes solutés ($c = c_o \exp - \frac{|W|}{kT}$), soit à un mécanisme de diffusion à courte distance favorisé dans les alliages à plus forte teneur : dans le premier cas, on suppose qu'une bande de LÜDERS se propage à travers l'échantillon entre deux ancrages successifs, et dans le deuxième cas que la déformation se fait de façon homogène. La première hypothèse semble peu vraisemblable, car la température de disparition de l'écoulement discontinu devrait être régie par l'équation 7.3, et que l'énergie associée que nous avons trouvée est de $67 \text{ Kcal.mole}^{-1}$, valeur différente de celle de la diffusion des solutés.

La deuxième hypothèse peut rendre compte d'une telle valeur, comme nous l'exposons.

Au lieu de la vitesse moyenne des dislocations, nous considérons maintenant leur vitesse instantanée : une dislocation se déplace dans le réseau à une vitesse mal définie entre des obstacles (ici, les arbres de la forêt, les crans sur les dislocations vis, ou les solutés) où elle se trouve momentanément immobilisée, jusqu'à ce qu'elle reçoive l'énergie suffisante par fluctuation thermique pour les franchir [112]. La durée d'arrêt t_a est :

$$t_a = \frac{1}{\nu} = \frac{NAb}{\dot{\gamma}} \exp - \frac{\Delta G}{k T}$$

Pendant cet arrêt, les atomes solutés ségrègent vers les dislocations et constituent des atmosphères dont la concentration est donnée par [55]

$$c - c_o = \frac{\pi C_o}{b^2} \left[\frac{3 D |W_M| b t_a}{k T} \right]^{2/3}$$

Une atmosphère saturée est constituée lorsque $t_a = t_s$, avec :

$$t_s = \left(\frac{C_M}{\pi C_o} \right)^{3/2} \frac{k T b^2}{3 D |W_M|}$$

Lorsque t_a est inférieure à t_s , une atmosphère condensée et non saturée est formée : d'après l'hypothèse vraisemblable que nous avons faite pour le domaine I, la dislocation s'échappe. Pour $t_a \approx t_s$, une atmosphère saturée est obtenue et la déformation ne peut se poursuivre qu'à partir de nouvelles dislocations. Et pour t_a supérieur à t_s , une atmosphère étendue est formée et la dislocation peut s'échapper de son nuage avec l'aide d'une contrainte supplémentaire. Nous obtenons ainsi un maximum de résistance à la cisssion lorsque t_a est du même ordre de grandeur que t_s .

Ainsi, à une température fixée, lorsque $\dot{\epsilon}$ augmente, t_a diminue et l'on passe progressivement d'une atmosphère étendue à une atmosphère saturée, puis à une atmosphère sous saturée. Pour les vitesses que nous avons utilisées, nous pourrions nous trouver dans ces configurations. L'effet de l'écrouissage serait d'introduire une variation de N , donc de t_a , par suite du durcissement normal et du phénomène de multiplication lié aux crochets. De même, à une vitesse fixée, lorsque T augmente, t_a et t_s diminuent et le passage par les divers stades est plus rapide. Le phénomène disparaît alors en température, lorsque $t_a = t_s$ ou lorsque le franchissement de la barrière constituée par le nuage devient elle-même activée thermiquement. Le nombre de paramètres inconnus et difficiles à estimer, qui interviennent ne nous permet pas de développer complètement ce modèle. Cependant une indication de sa validité nous sera fournie par l'étude du fluage décrite au chapitre VIII.

La multiplication des dislocations provoquée par cette instabilité mécanique rend compte du taux important de durcissement que nous observons et d'une contrainte diminuant par l'intermédiaire de la fréquence des décrochements avec la vitesse.

IV - CONCLUSION

Dans la gamme des vitesses de déformation utilisées au cours de la présente étude, nous observons divers types de vieillissement.

Dans l'alliage 2, à basse température, l'effet du vieillissement, en introduisant un ancrage fort après une durée d'incubation, entraîne la formation d'un crochet par un mécanisme de création et de multiplication de dislocations. Aux températures intermédiaires, l'ancrage des dislocations n'est pas assez efficace et les dislocations échappent aux atmosphères de solutés formées. Aux températures plus élevées, l'écoulement visqueux des dislocations entraîne l'apparition d'une limite élastique supérieure.

Dans les alliages 3 et 4, aux basses températures, le même phénomène se produit. A plus haute température, la concentration des atmosphères formées spontanément augmente et l'ancrage devient plus efficace. Mais au cours de la déformation se produit également un épinglage des dislocations par une atmosphère condensée qui se forme lorsque les dislocations sont immobilisées sur les obstacles constitués par les arbres de la forêt, les crans des dislocations vis ou les atomes solutés. Un écoulement discontinu s'installe alors, comme représentation d'une multitude de crochets provoquée par une création et une multiplication de nouvelles dislocations.

CHAPITRE VIII

COMPORTEMENT AU FLUAGE
DES ALLIAGES MAGNESIUM-YTTRIUM

Le comportement au fluage du magnésium pur polycristallin est assez mal compris, comme il apparaît au chapitre V. Nous nous étions proposés initialement comme but de notre étude la détermination du comportement au fluage d'alliages magnésium-yttrium faiblement concentrés, ce qui nous aurait permis de déduire les mécanismes intervenant dans le métal de base à partir de ceux probablement légèrement perturbés se manifestant dans les alliages. En fait cette idée est erronée : une faible addition introduit une forte perturbation qu'il est difficile de caractériser en elle-même. Aussi avons nous été conduits à poursuivre chronologiquement nos travaux dans la voie que nous avons exposée au cours des chapitres précédents.

I - MATERIAU ET METHODE

Les mêmes alliages que précédemment ont été utilisés dans cette étude. Des éprouvettes plates ont été soumises à des essais de fluage simple à une température fixée sous diverses charges. Des éprouvettes cylindriques ont été soumises à des essais de fluage différentiel en température (méthode dite de "DORN" pour la détermination des énergies d'activation).

Les énergies apparentes d'activation pour le fluage, Q_f , sont déterminées par la méthode de variation cyclique de température à l'aide de la relation :

$$Q_f = R \frac{T_1 T_2}{T_1 - T_2} L_n \frac{\dot{\epsilon}_1}{\dot{\epsilon}_2} \quad \text{ou } Q_f \text{ cal. mole}^{-1} = 4,6 \frac{T_1 T_2}{T_1 - T_2} \lg_{10} \frac{\dot{\epsilon}_1}{\dot{\epsilon}_2}$$

où R est la constante des gaz parfaits, $\dot{\epsilon}_1$ la vitesse de fluage sous une contrainte donnée à une déformation fixée à la température absolue T_1 et $\dot{\epsilon}_2$ la vitesse sous même contrainte à la même déformation à la température T_2 - ($T_2 - T_1$) est de l'ordre de 15 K. Il est à remarquer que Q_f n'est qu'une énergie apparente d'activation pour le fluage car les variations des constantes élastiques avec la température peuvent contribuer aux valeurs observées de l'énergie d'activation [66]. Cette relation donne l'énergie d'activation à une température $T = \frac{1}{2} (T_1 + T_2)$, en supposant que la structure du matériau ne change pas avec la température.

Les données expérimentales pour de nombreux métaux suggèrent, qu'à haute température et pour des contraintes moyennes, l'équation générale du fluage stationnaire peut s'écrire :

$$\dot{\epsilon}_s = f(s) \sigma^n \exp \left(- \frac{Q_f}{RT} \right)$$

où $\dot{\epsilon}_s$ = vitesse du fluage stationnaire.

$f(S)$ = fonction dépendant de la structure

σ = contrainte

n = constante.

Dans un domaine où n'existe qu'un seul processus activé thermiquement, l'exposant de la contrainte est donnée par :

$$n = \frac{L \frac{\dot{\epsilon}_1}{\dot{\epsilon}_2}}{L \frac{\sigma_1}{\sigma_2}}$$

ou par la pente de la courbe $\log \left[\dot{\epsilon} \exp \frac{Q_p}{R T} \right]$ en fonction de $\log \sigma$ (représentation de ZENER-HOLLOMON).

Nous appliquons des contraintes qui donnent des vitesses de fluage pour lesquelles l'énergie d'activation du magnésium pur est celle de l'auto-diffusion.

II - RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats obtenus pour l'énergie d'activation du fluage sont représentés sur les figures 66, 67, 68 et 69. Nous constatons que ces valeurs sont très différentes de celles qui ont été déterminées pour le magnésium pur polycristallin et qu'elles sont difficilement comparables entre elles.

a) Alliage 1

Les essais sont réalisés sur des éprouvettes traitées, c'est-à-dire présentant initialement une grande variété de grosseurs de grain. Cette grosseur évolue également au cours de l'essai. La chaleur apparente d'activation du fluage reste cependant identique pour les éprouvettes à gros grains et celles à grains fins. Seule la charge à appliquer pour obtenir la même vitesse de fluage varie avec la grosseur du grain : plus le grain est gros, plus la charge doit être importante.

Aux températures inférieures à 350°, les courbes de fluage présentent les trois stades : primaire, secondaire (ou stationnaire) et tertiaire. Aux températures supérieures, la courbe met en évidence un "temps d'incubation" (ou de "dégradation") avant de se prolonger linéairement (fig. 70). Un tel comportement a déjà été observé à des températures équivalentes dans le cas d'alliages magnésium-manganèse à faible teneur : on suppose alors que la rotation du réseau n'est pas responsable du phénomène, mais que le faible nombre initial de dislocations mobiles entraîne un processus de multiplication qui a sa source aux joints de grains où des lacunes sont venues se condenser.

Les énergies d'activation ont été mesurées dans le domaine du fluage linéaire. Aucun calcul de l'exposant de la contrainte n'a été tenté à cause de la grande diversité des structures de départ. Cette énergie est trouvée constante dans le domaine de température où les essais sont effectués (fig. 66). Elle est égale à 42 ± 4 Kcal.mole⁻¹, valeur supérieure à l'énergie d'autodiffusion du magnésium, inférieure à celle du glissement dévié, mais égale à celle que l'on trouve pour le fluage d'alliages de magnésium de faible concentration. Un seul mécanisme serait donc responsable de la déformation. Le plus probable serait le mouve-

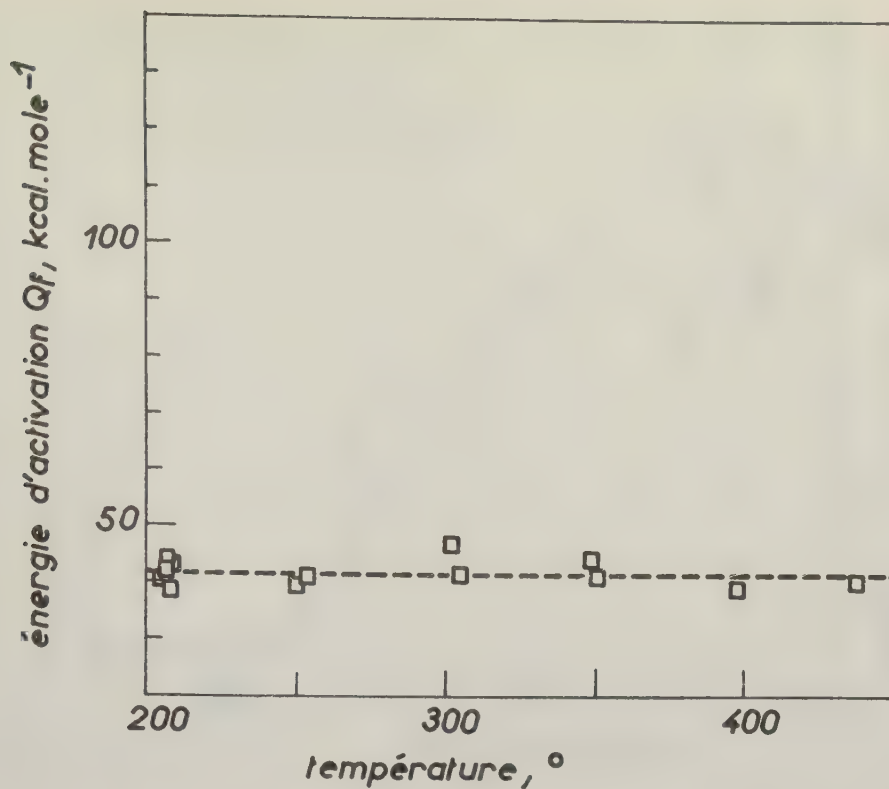


Fig. 66.— Energie d'activation du fluage de l'alliage 1.

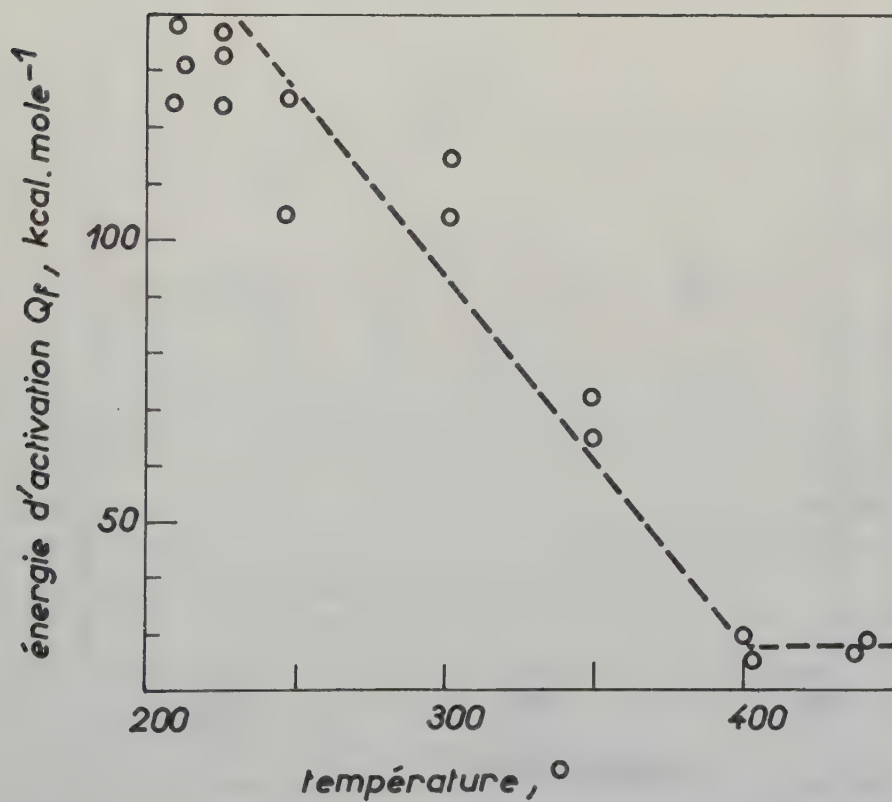


Fig. 67.— Energie d'activation du fluage de l'alliage 2.

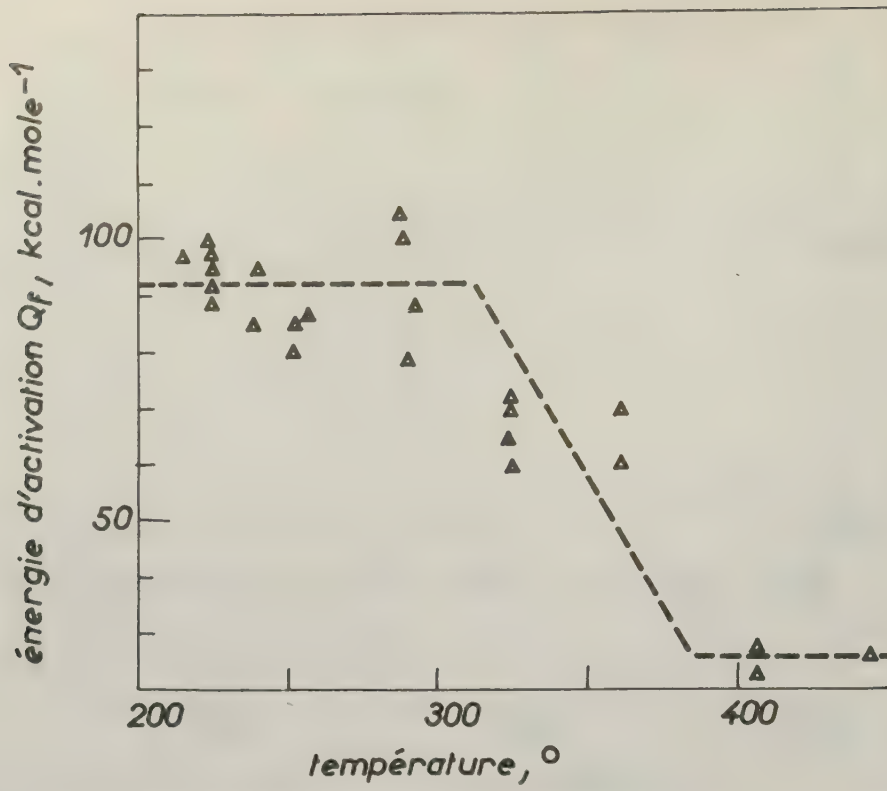


Fig. 68.— Energie d'activation du fluage de l'alliage 3.

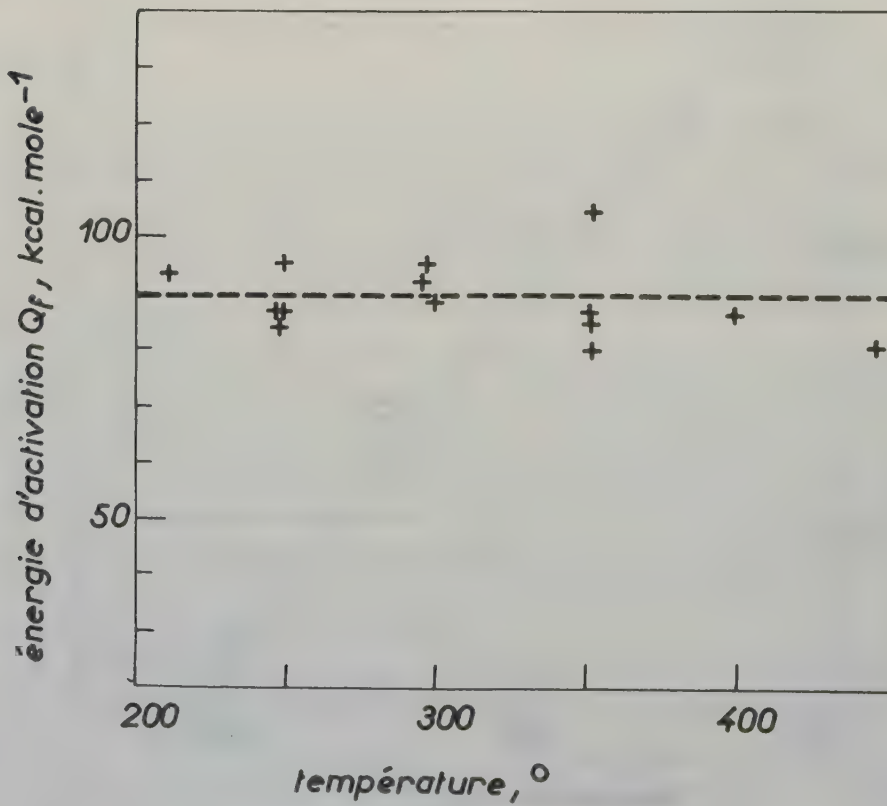


Fig. 69.— Energie d'activation du fluage de l'alliage 4.

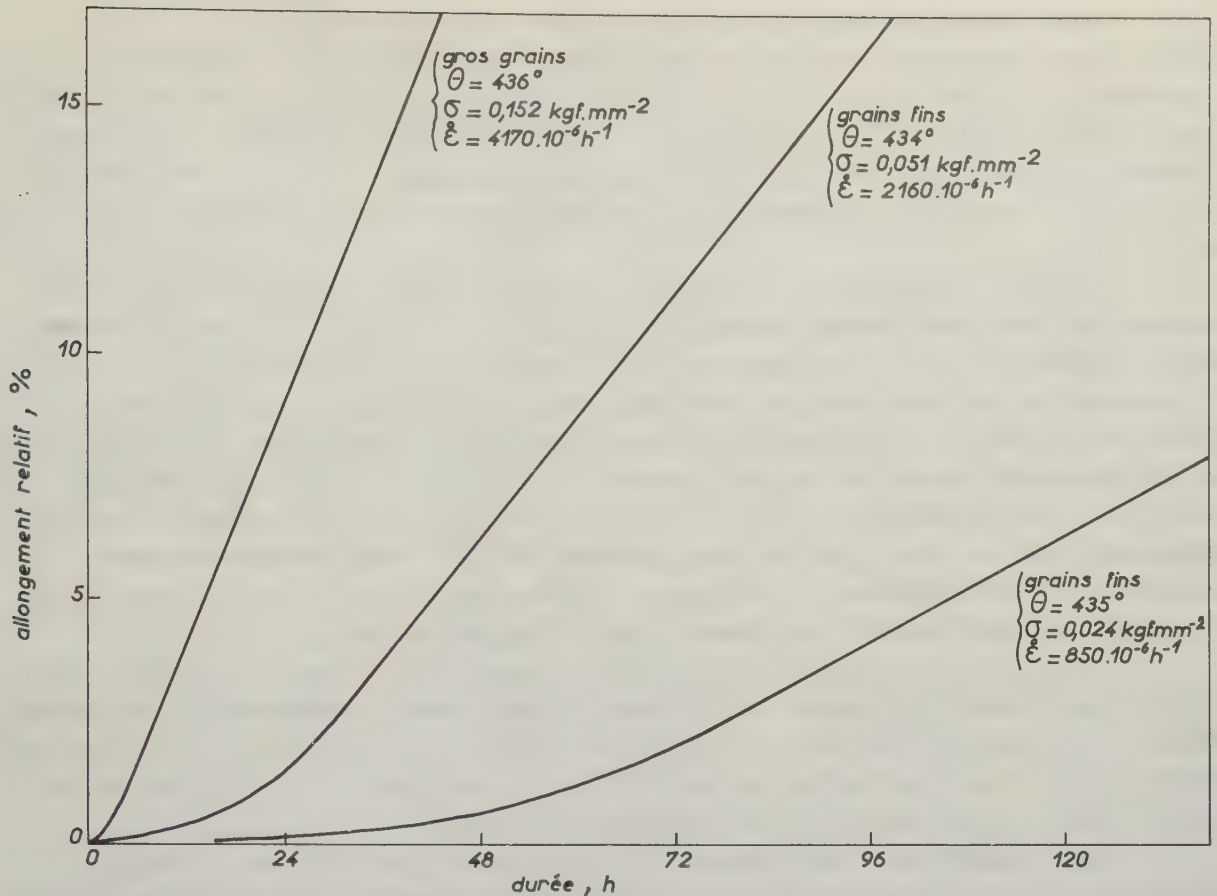


Fig. 70 - Courbes de fluage de l'alliage 1

ment non conservatif des dislocations vis gouverné par le déplacement des crans qui seraient en fait des super-crans : l'énergie d'activation est l'addition de plusieurs fois l'énergie de formation et de migration des lacunes.

b) Alliage 2

Les courbes de fluage de cet alliage, ainsi que celles des alliages 3 et 4 présentent les trois stades ; le stade de consolidation diminue d'importance lorsque la température s'élève. Les énergies d'activation obtenues sont représentées sur la figure 67. Nous constatons que l'énergie ne conserve pas une valeur constante et qu'elle diminue lorsque la température s'élève, pour atteindre finalement à haute température la valeur qu'elle possède dans le magnésium pur.

Un tel comportement est anormal et est discuté plus en détail dans le cas de l'alliage 3 pour lequel nous observons le même phénomène.

c) Alliage 3

α) Energie d'activation

La figure 68 donne les valeurs trouvées pour l'énergie apparente d'activation du fluage. Cette chaleur est indépendante de la charge, de la déformation et du sens de variation de la température dans les limites de précision des mesures.

Nous constatons que cette énergie ne reste pas constante et que les valeurs obtenues à basse température sont supérieures à celles obtenues à haute température. Or il est classique de supposer que lorsque la température augmente, l'apport thermique est plus important et des mécanismes de déformation de plus en plus difficiles (c'est-à-dire auxquels une énergie plus importante est associée) vont pouvoir intervenir et régler la déformation. Autrement dit, on constate généralement que l'énergie d'activation augmente avec la température.

A notre connaissance, un phénomène identique à celui que nous trouvons ici n'a été observé que dans deux alliages d'aluminium et d'une façon différente : dans un alliage aluminium-magnésium à 3,2 % de magnésium, N.R. NORCH, L.A. SHEPARD et J.E. DORN [114] trouvent un pic pour l'énergie d'activation dans le domaine de température où le glissement dévié gouverne la déformation de l'aluminium pur. Un phénomène de vieillissement en serait responsable. Dans des alliages aluminium-cuivre de 0,04 à 0,11 at. % de cuivre, D. WALTON, L.A. SHEPARD et J.E. DORN [115] trouvent que l'énergie d'activation pour le glissement dévié est plus élevée que dans l'aluminium pur : cette énergie qui reste constante dans le même domaine de température est alors supérieure à celle nécessaire à la montée des dislocations coins qui se produit à plus haute température.

Il semble que ce soit un pic que nous observons dans le cas de l'alliage 2 vers les basses températures. Par contre dans l'alliage 3, aux basses températures, nous pouvons considérer ou bien que nous avons un pic de hauteur légèrement plus faible que dans l'alliage 2 ou bien que nous avons un palier qui se situe à $92 \pm 15 \text{ Kcal.mole}^{-1}$, car nous retrouvons cette valeur dans tout le domaine de température dans l'alliage 4.

Les énergies que nous trouvons entre 300° et 400° font alors partie du pic et correspondent à la superposition des mécanismes qui se produisent à haute et à basse température, ou bien encore peuvent être considérées comme conservant une valeur constante, avec une dispersion assez importante, et égale sensiblement à celle du glissement dévié dans le métal de base.

A haute température, nous retrouvons l'énergie d'activation du fluage du magnésium pur.

Par ailleurs, nous avons effectué des essais de fluage simple à 248° et 400° pour déterminer l'exposant de la contrainte (fig. 71) : celui-ci est respectivement égal à $n = 5,5$ à 248° et $n = 5$ à 400°, valeurs sensiblement identiques à celles trouvées pour le magnésium pur.

Pour avoir une indication de l'influence de la vitesse sur le fluage, nous considérons les essais de traction réalisés à la vitesse de $4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$: le domaine de la charge maximale est alors celui du fluage linéaire (équilibre entre la consolidation et la restauration). La figure 72 donne la contrainte provoquant une vitesse de fluage de $4,17 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (essais de traction) et de $4,17 \cdot 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ (essais de fluage). La même évolution avec la température est sensiblement suivie. Par contre l'exposant de la contrainte en traction est négatif à basse température, prend une valeur de 16,7 à 300° et diminue jusqu'à une valeur de 6 à 450°. Ces essais sont donc difficilement comparables, car la consolidation obtenue avant le fluage stationnaire, au cours de l'essai de traction surtout, a une grande importance [49].

β) Examen micrographique

Pour essayer de soulever le doute sur le caractère athermique du fluage, nous avons procédé à un examen métallographique en surface et sur une section longitudinale d'éprouvettes polies soumises à la déformation par fluage à 248° et 400° dans le stade stationnaire ou dans le stade tertiaire.

A 248°, les grains sont principalement intéressés par un glissement droit en

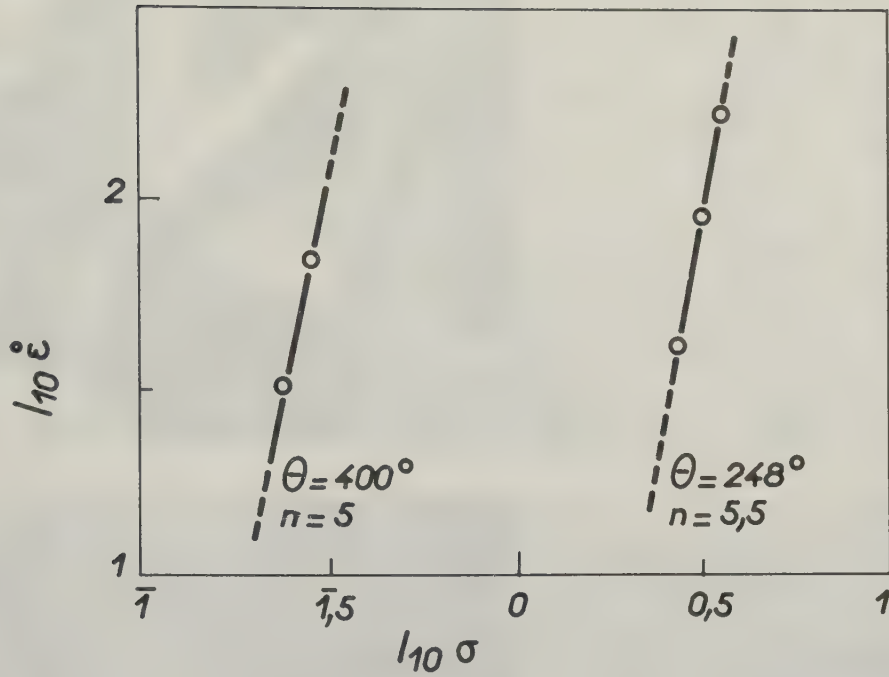


Fig. 71.

Alliage 3 : $lg \dot{\epsilon}$ fonction de $lg \sigma$. Calcul de l'exposant de la contrainte.

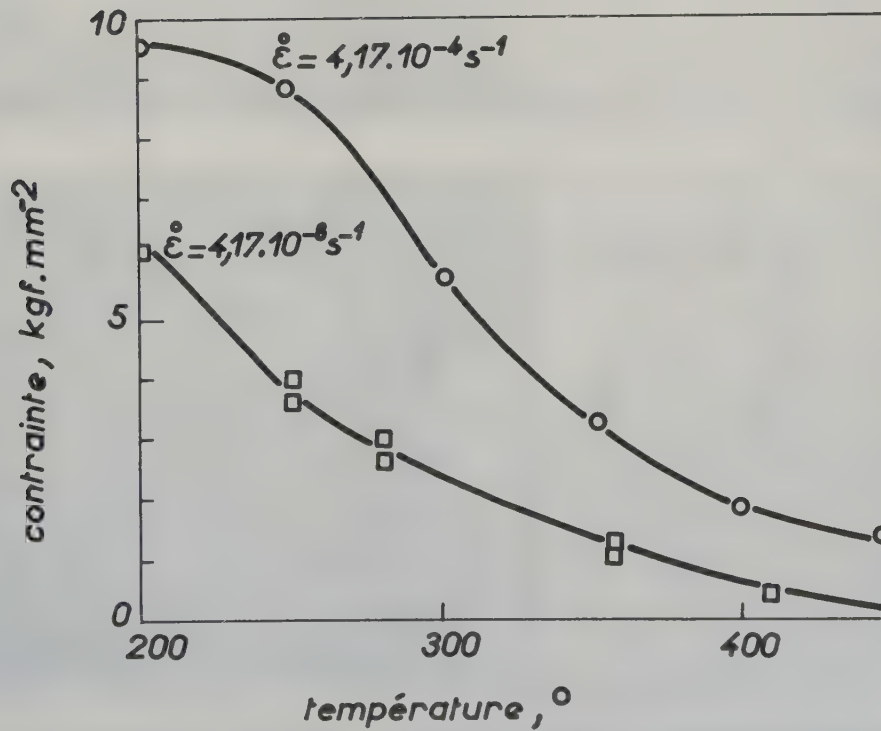


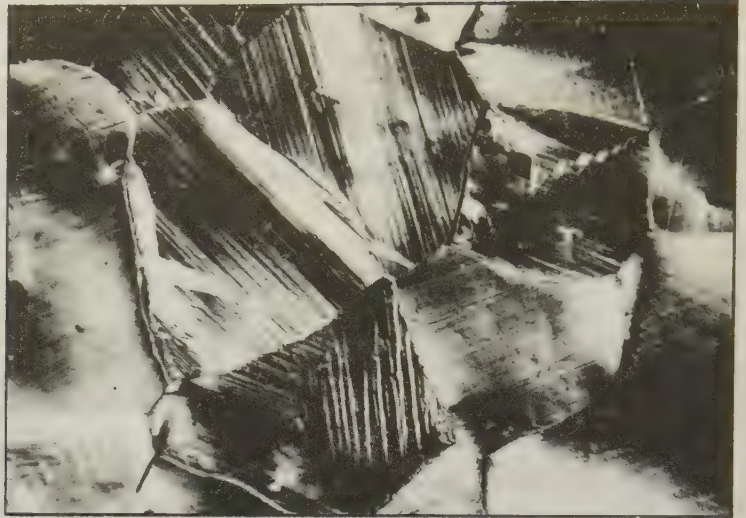
Fig. 72.— Alliage 3 : contrainte de fluage fonction de la température.

(Gx100)
C.I.

$$\sigma = 2,8 \text{ kg.mm}^{-2}$$

$$\dot{\epsilon} = 41,6 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$$

$$A = 1,5 \%$$

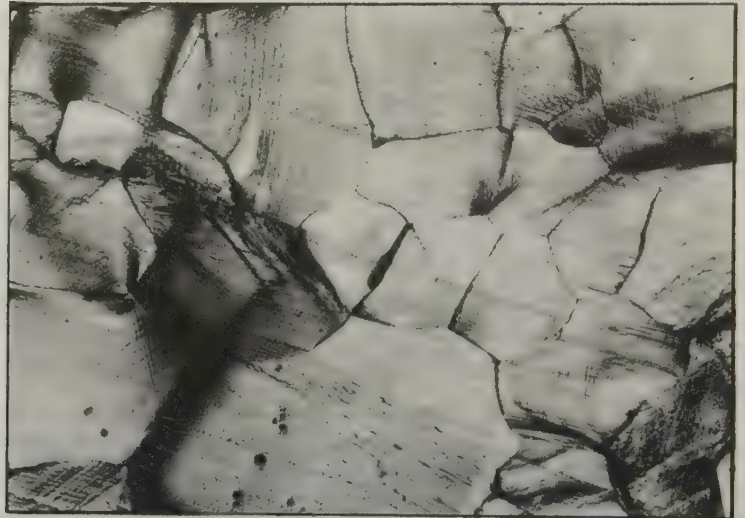


(Gx50)

$$\sigma = 3,6 \text{ kg.mm}^{-2}$$

$$\dot{\epsilon} = 16,7 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$$

$$A = 4,5 \%$$



(Gx100)

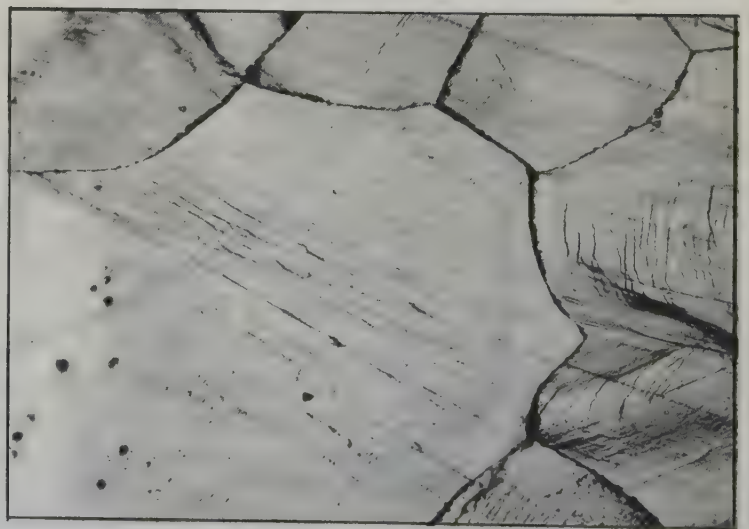
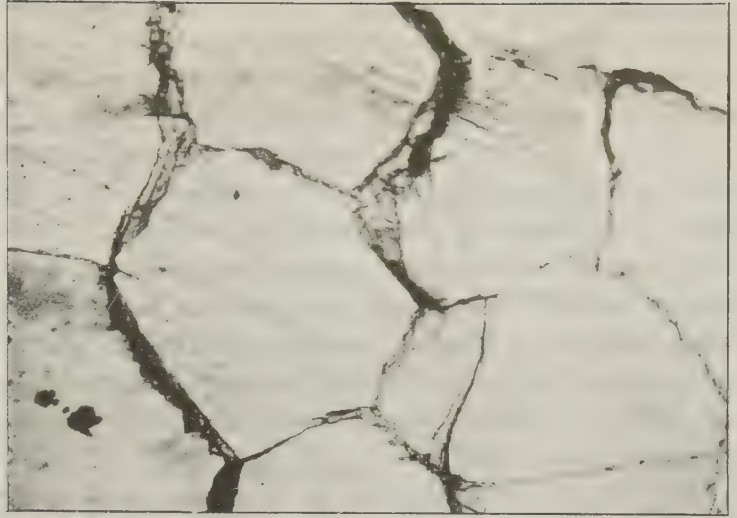
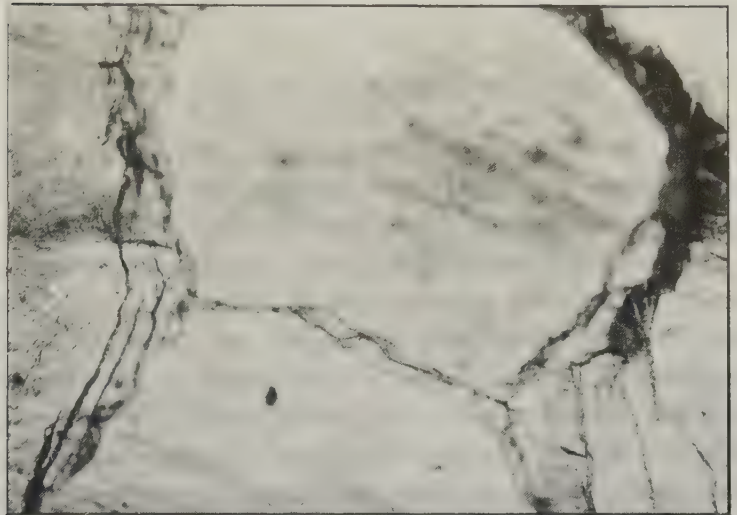
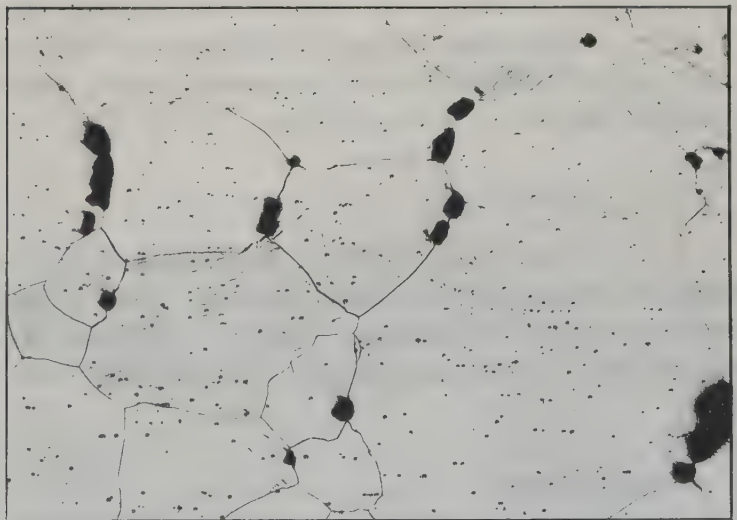


Fig. 73.— Micrographies d'éprouvettes fluées à 250° (Alliage 3).

$G \times 100$  $G \times 200$  $G \times 50$ 

$$\sigma = 0,29 \text{ kg.mm}^{-2}$$

$$\dot{\epsilon} = 6,7,7 \cdot 10^{-6} \text{ h}^{-1}$$

$$A = 3,5 \%$$

Fig.74.—Micrographie d'une éprouvette fluée à 400° (Alliage 3).

bandes fines dans le plan de base (fig. 73). Il se produit un glissement dévié, sans doute dans le plan pyramidal : ce glissement est d'autant plus important que la contrainte et la vitesse de déformation, donc la déformation elle-même, sont élevées. Un léger maclage existe et des bandes de pliage aux points triples révèlent des zones de contrainte importante. Aucun déplacement des joints de grains, ni aucune polygonisation ne sont observés.

A 400°, nous n'observons plus de glissement à l'intérieur des grains (fig. 74), mais s'ils existent, ils peuvent être masqués par la couche d'oxyde qui se forme, naturellement, à la surface de l'échantillon. Par contre, nous observons une migration importante des joints dans la direction de tension et la formation de sous-joints à leur voisinage. Dans le domaine tertiaire une cavitation importante est observée, après polissage, dans les joints perpendiculaires à l'axe de tension. Remarquons que la présence d'une migration des joints, en restaurant la matrice à leur voisinage, excluerait leur cisaillement et ainsi la formation des cavités. Ce phénomène est analogue à celui observé dans le cas du magnésium électrolytique par S.L. COULING et C.S. ROBERTS [116] : la déformation des joints se produit par les deux procédés alternés de cisaillement et de migration, il y a cisaillement inélastique des joints, avec maintien en position fixe de leurs joints triples, puis migration vers de nouvelles positions.

γ) Interprétation de l'énergie d'activation

L'observation micrographique nous permet donc de dire que l'énergie de fluage qui est égale à celle de l'autodiffusion correspondrait à un fluage du type HERRING-NABARRO, bien que nous ne retrouvons pas l'exposant théorique qui est égal à 1.

A basse température, nous constatons que le glissement basal est prépondérant. Nous pouvons donc supposer que la déformation est de nature athermique. L'analyse qui en est faite par N.R. BORCH et al. repose sur le même principe que celui avancé par nous au chapitre VII pour expliquer le vieillissement : les dislocations responsables de la déformation sont ancrées par les atomes solutés durant leur arrêt devant les barrières du réseau. Par suite des faibles vitesses de déformation que nous atteignons au cours du fluage, les dislocations sont ancrées par des nuages étendus du type COTTRELL. L'énergie que nous mesurons est alors celle nécessaire pour faire passer les dislocations par activation au dessus de ces deux barrières. A plus haute température, le nuage s'évapore.

Un ancrage du type SUZUKI qui se traduit également par un effet athermique semble peu vraisemblable, car l'importance du pic diminue lorsque la concentration augmente, alors que l'énergie de faute diminue.

d) Alliage 4

L'énergie apparente d'activation du fluage conserve une valeur constante dans le domaine de température considéré (fig. 69). Cette énergie est importante et peut correspondre à celle nécessaire au glissement dévié : la présence du soluté diminue l'énergie de faute du métal de base et rend plus difficile ce glissement dévié.

III - CONCLUSION

Nous avons pu identifier les mécanismes responsables de la déformation au fluage des alliages magnésium-yttrium dans le domaine de température 200° - 450°. La déformation au cours du fluage de l'alliage 1 est réalisée par le mouvement des dislocations vis avec crans. Dans les alliages 2 et 3, une résistance supplémentaire au fluage à basse température est

introduite par un blocage du type COTTRELL. A haute température la déformation s'effectue par la migration des joints de grains. Le glissement dévié est responsable de la déformation au fluage de l'alliage 4.

CONCLUSION GENERALE

Nous avons étudié le comportement mécanique de quatre alliages magnésium-yttrium de concentration pondérale en yttrium inférieure à 4 %. Ces alliages initialement corroyés par filage ont subi un traitement d'homogénéisation et de mise en solution à 550°, suivi d'une trempe à l'eau. A l'exception de l'alliage le moins chargé (0,08 %) qui s'est révélé de structure très hétérogène, le matériau présentait une grosseur de grains, homogène et sensiblement identique (150-400 μm). Des recuits isochrones de 2 heures à diverses températures ont montré que cette structure restait stable. La texture assez complexe est en outre favorable au glissement dans le plan de base.

Les propriétés mécaniques (limite élastique, charge à la rupture, allongements) ont été déterminées dans une gamme de températures s'échelonnant de - 196° à 450° pour des vitesses de déformation fixées comprises entre $4,17.10^{-5}$ et $4,17.10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Les résultats obtenus montrent que le début de la déformation plastique est thermiquement activée à haute et basse températures. Il est athermique dans un domaine limité de températures entre les deux domaines précédents. Nous avons identifié les mécanismes responsables d'un tel comportement :

a) La cission correspondant au palier athermique est celle nécessaire au déplacement des dislocations coins dans le champ de contrainte global édifié par les atomes solutés par suite de leur différence de taille par rapport à celle du solvant. Au cours du déplacement, la dislocation est flexible (modèle de FLEISCHER). Le palier est caractérisé par une consolidation importante du matériau, par une variation de la contrainte en sens inverse de celle de la vitesse et par l'installation d'une instabilité mécanique en fin de plateau pour les alliages plus fortement chargés.

b) A basse température, nous rendons compte des valeurs calculées pour l'énergie et le volume d'activation par le mécanisme d'intersection avec les arbres de la forêt de dislocations ou avec les atomes solutés pour l'alliage à 0,35 % en poids. Aux concentrations supérieures, les obstacles activés thermiquement sont constitués par des précipités fins qui se sont formés dans la solution solide sursaturée. Les dislocations traversent ces précipités au cours de la déformation.

c) A haute température, le mouvement des crans sur les dislocations vis gouvernent la déformation des trois alliages de la même façon que celle du magnésium pur. Des phénomènes de recristallisation sous contrainte commencent déjà à intervenir.

L'analyse de la consolidation montre qu'à basse température, les joints de grains freinent initialement la propagation de la déformation dans l'ensemble du matériau et que celle-ci devient par la suite facile. Aux températures du palier, la consolidation augmente avec la concentration en yttrium. Cet accroissement est provoqué par une forte multiplication des

dislocations, accompagnant l'instabilité mécanique. Aux températures supérieures, la consolidation décroît rapidement avec l'apparition de la recristallisation sous contrainte.

La ductilité sensiblement constante de -196° jusqu'à la température ambiante, augmente ensuite lorsque la température s'élève, avec cependant vers 300° une chute liée à la cavitation aux joints de grains. L'allongement par striction, nul aux températures inférieures à la température ambiante, participe de plus en plus à l'allongement total lorsque la température s'élève.

L'ensemble des alliages présente le phénomène de vieillissement après déformation aux températures moyennes. Ce vieillissement est "statique" ou "dynamique", ce caractère étant lié à la concentration et à la température dans la gamme des vitesses de déformation étudiées ($4,7 \cdot 10^{-3}$ - $4,17 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$),

Nous avons déterminé les domaines d'existence de ces différents types de vieillissement ; nous en avons déterminé les cinétiques et avons interprété nos résultats en fonction des mécanismes possibles.

a) Du côté des basses températures, le vieillissement statique est provoqué par la formation de nuages saturés sur les dislocations, formation qui suit la loi de COTTRELL et BILBY. L'ancrage fort ainsi réalisé ne peut être détruit et la déformation se poursuit à l'aide de nouvelles dislocations qui se multiplient. Le vieillissement ne constitue pas alors un phénomène transitoire. Vers les basses températures, il disparaît lorsque le taux de consolidation élevé ne permet plus la propagation d'une bande de LÜDERS. Vers les hautes températures, il disparaît avec le phénomène de saturation des dislocations en atomes solutés : cette température de transition nous a permis de déterminer l'énergie d'interaction maximale entre atomes solutés et dislocations :

$$W_M = 0,26 \text{ eV}$$

valeur voisine de la valeur théorique : $W_M = 0,22 \text{ eV}$.

b) A plus haute température, le type de vieillissement dépend de la concentration et de la vitesse de déformation utilisée. Dans le cas de l'alliage à 0,35 %, il est statique à toutes les vitesses et seulement à la vitesse maximale de $4,17 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ dans celui à 1,35 % ; dans tous les autres cas, il est dynamique. Quand il est statique, la cinétique de vieillissement est celle donnée par COTTRELL et BILBY lorsqu'il existe un effet de taille entre le soluté et le solvant ; mais son interprétation laisse supposer des phénomènes complexes de diffusion au cours de la formation de nuages étendus. L'ancrage réalisé est faible et peut donc être rompu : le vieillissement constitue alors un phénomène transitoire. A plus haute température, le mécanisme de microfluage de COTTRELL et JASWON intervient. Ensuite l'atmosphère s'évapore.

Pour rendre compte de l'écoulement plastique discontinu qui se produit dans les alliages plus fortement chargés et de sa disparition à haute température, qui ne s'explique pas par l'évaporation, nous sommes amenés à considérer que l'ancrage fort qui est réalisé et qui entraîne une multiplication des dislocations se produit au cours de l'arrêt momentané des dislocations devant les barrières naturelles de la structure.

Enfin, nous avons étudié le comportement au fluage de ces alliages et déterminé par la méthode des variations cycliques de température les énergies d'activation de fluage dans la gamme de températures 200° - 450° :

a) Dans le cas de l'alliage à 0,08 %, l'énergie d'activation conserve une valeur constante de $41 \text{ kcal.mole}^{-1}$, valeur que l'on retrouve dans les alliages de magnésium faiblement chargés et que l'on attribue au mouvement non conservatif des dislocations vis avec crans.

b) Pour des concentrations intermédiaires en yttrium, l'énergie est très élevée vers les basses températures et décroît ensuite lorsque la température s'élève pour prendre finalement la valeur de $27 \text{ kcal.mole}^{-1}$ qu'elle possède dans le magnésium pur et qui est alors attribuée aux phénomènes gouvernés par la diffusion. La valeur anormalement élevée aux basses températures est reliée aux phénomènes de vieillissement que nous avons mis en évidence dans le même domaine de températures au cours des essais de traction. Son interprétation est celle qui rend compte du vieillissement dynamique et constitue donc une confirmation supplémentaire des explications proposées.

c) Dans le cas de l'alliage à 3,1 % en poids d'yttrium, cette énergie d'activation conserve une valeur constante de $92 \text{ kcal.mole}^{-1}$. Le glissement dévié perturbé par une précipitation pourrait gouverner la déformation de cet alliage.

En résumé, nous avons déterminé le comportement plastique d'alliages magnésium-yttrium à faible concentration en élément d'addition au cours de déformations à vitesses constantes entre -196° et 450° et au cours de déformations à charge constante entre 200° et 450° . Nous avons identifié les mécanismes responsables de ces déformations. A basse température, la précipitation perturbe les mécanismes qui existent dans le magnésium pur, mais les caractéristiques mécaniques sont peu modifiées. A haute température, les phénomènes de vieillissement dans la solution solide deviennent prépondérants et la résistance mécanique de l'alliage est fortement élevée par l'adjonction d'yttrium.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] T.E. LEONTIS
"The Rare Earths", J. Wiley & Sons, chap. 19, 1961.
- [2] V.F. TEREKHOVA, J.A. MARKOVA et E.M. SAVITSKII
Zhur. Neag. Khim., 5, 235, 1960.
- [3] E.D. GIBSON et O.N. CARLSON
Trans. A.S.M., 52, 1084, 1960.
- [4] P. CARO
Thèse Ingénieur Docteur, Paris, 1962.
- [5] D. MIZER et J.B. CLARK
Trans. A.I.M.E., 221, 207, 1961.
- [6] J.F. SMITH, D.M. BAILEY, D.B. NOVOTNY et J.E. DAVISON
Acta Met., 13, 889, 1965.
- [7] E.M. SAVITSKII et V.F. TEREKHOVA
Metall. I, Term. Obruchotka Metall., 9, 42, 1962.
- [8] G.V. RAYNOR
"The Physical Metallurgy of Magnesium and its Alloys". Pergamon Press, 1959.
- [9] R.V. LONDON, R.E. EDELMAN et H. MARKUS
Trans. A.S.M., 59, 250, 1960.
- [10] A. GUINIER
"Théorie et Technique de la Radiocristallographie". Dunod, Paris, 1965.
- [11] H.T. SMYTH
J. Amer. Ceramic Soc., 34, 221, 1951.
- [12] G. SABATIER
Bull. Soc. Fr. Min. Crist., 77, 953, 1954.

- [13] J.L. SOULE
J. Phys. et le Radium, 13, 516, 1952.
- [14] I. BARSHAD
Am. Mineralogist, 37, 667, 1952.
- [15]
"Handbook of Chemistry and Physics", the Chemical Rubber Cy, 46ème Ed.
1965-1966.
- [16]
"Metals Handbook", American Society for Metals, vol. I, 8ème Ed., 1961.
- [17] J.H. AWBERTY et E. GRIFFITHS
Proc. Phys. Soc. London, 38, 395, 1925-1926.
- [18] D. MIANNAY, P. GREGOIRE, P. AZOU et P. BASTIEN
C.R. Acad. Sc. Paris, 265, 1107, 1967.
- [19] Y. ADDA et J. PHILIBERT
"La diffusion dans les solides", I.N.S.T.N., Saclay, 1966.
- [20] Y. ADDA, M. BEYELER, A. KIRIANENKO et F. MAURICE
Mem. Sc. Rev. Met., 58 b, 716, 1961.
- [21] K.F.J. HEINRICH
"X-Ray Absorption Uncertainty", Electron Microprobe, Washington D.C., Oct. 1964,
J. Wiley & Sons, 296, 1966.
- [22] J. PHILIBERT
"X-Ray Optics and X-Ray Micro-Analysis", 3d Int. Symp., Stanford Univ.,
Academic Press, 379, 1963.
- [23] P. DUNCUMB et P.K. SHIELDS
"Electron Microprobe", J. Wiley & Sons, 284, 1966.
- [24] J.W. COLBY
N.L.C.O., 944, A.E.C. Res. and Dev. Report, 1964.
- [25] J.W. COLBY et J.F. NIEDERMEYER
N.L.C.O., 914, A.E.C. Res. and Dev. Report, 1964.
- [26] P. DUNCUMB et S.J.B. REED
Tube Investment Research Labor. Tech. Rep. n° 221, Mai 1967.
- [27] H.E. BISHOP
Thèse, Cambridge, 1965.

- [28] R. DARRAS
Thèse, Université de Paris, 1963.
- [29] J.O. LINDE
Ann. Physik, 15, 219, 1963.
- [30] E.I. SALKOVITZ, A.I. SCHINDLER et E.W. KAMMER
Physical Review, 105, 887, 1957.
- [31] K.B. DAS et A.N. GERRITSEN
J. Appl. Phys., 33, 11, 3301, 1962.
- [32] R.W. POWELL, M.J. HIEKMAN et R.P. TYE
Metallurgia, 10, 159, 1964.
- [33] E. SCHMID et W. BOAS
"Plasticity of Crystals", Hugues, London, 1950.
- [34] F.E. HAUSER, P.R. LANDON et J.E. DORN
Trans. A.S.M., 48, 986, 1956.
- [35] P.W. BAKARIAN et C.H. MATHEWSON
Trans. A.I.M.E., 152, 226, 1943.
- [36] E.C. BURKE et W.R. HIBBARD
Trans. A.I.M.E., 194, 295, 1952.
- [37] C.S. ROBERTS
"Magnesium and its Alloys", J. Wiley & Sons, N.Y., 1960.
- [38] R.E. REED-HILL et W.D. ROBERTSON
Acta Met., 5, 717 et 728, 1957.
- [39] P. WARD FLYNN, J. MOTE et J.E. DORN
Trans. A.I.M.E., 221, 1148, 1961.
- [40] V.F. KOCKS et D.G. WESTLAKE
Trans. A.I.M.E., 239, 1107, 1967.
- [41] U.F. KOCKS
Acta Met., 6, 85, 1968.
- [42] U.F. KOCKS
Phil. Mag., 2, 317, 1965.
- [43] F.E. HAUSER, P.R. LANDON et J.E. DORN
Trans. A.S.M., 50, 856, 1958.

- [44] E. SCHMID
Z. Electrochem., 37, 447, 1931.
- [45] H. CONRAD et W.D. ROBERTSON
Trans. A.I.M.E., 209, 503, 1957.
- [46] H. CONRAD, L. HAYS, G. SCHOECK et H. WIEDERSICH
Acta Met., 9, 367, 1961.
- [47] W.J. Mc G. TEGART
Acta Met., 9, 614, 1961.
- [48] R.B. JONES et J.E. HARRIS
Proceeding of the point International Conference on Greep, 1963.
- [49] G.B. GIBBS
Phil. Mag., 13, 317, 1965.
- [50] S.L. COULING et G.W. PEARSALL
Trans. A.I.M.E., 209, 939, 1957.
- [51] B.C. WONSIEWICZ et W.A. BACKOFEN
Trans. A.I.M.E., 239, 1422, 1967.
- [52] B. JAOUL
"Etude de la plasticité et Application aux Métaux", Dunod, Paris, 1965.
- [53] N.F. MOTT et F.R.N. NABARRO
"Report of The Conference on Strength of Solids", The Physical Society, London, 1, 1948.
- [54] R.L. FLEISCHER
Acta Met., 11, 203, 1963.
- [55] J. FRIEDEL
"Dislocations", Pergamon Press, 1964.
- [56] P.A. FLINN
Acta Met., 6, 631, 1958.
- [57] J.D. MOTE, K. TANAKA et J.E. DORN
Trans. A.I.M.E., 221, 858, 1961.
- [58] H. SUZUKI
"Dislocations and Mechanical Properties of Metals", J. Wiley & Sons, 361, 1956.
- [59] R.M. QUIMBY, J.D. MOTE et J.E. DORN
Trans. A.S.M., 55, 149, 1962.

- [60] K.G. KENT et A. KELLY
J. Inst. Metals, 93, (15), 536, 1964-1965.
- [61] H. CHARF, P. LUKAC, M. BULEK et P. HAASEN
Z. Metallkunde, 10, 799, 1968.
- [62] A. AKHTAR et E. TEGHTSOONIAN
"Proceedings of the International Conference on the Strenght of Metals and Alloys",
Trans. Jap. Inst. Metal, 9, 692, 1968.
- [63] W.F. SHEELY, E.D. LEVINE et R.R. NASH
Trans. A.I.M.E., 215, 521 et 693, 1959.
- [64] J. VAN DER PLANKEN et A. DERUYTERRE
Acta Met., 17, 451, 1969.
- [65] A. SEEGER
"Dislocations and Mechanical Properties of Metals", J. Wiley & Sons, 1956.
- [66] G. SCHOEK
Phys. Stat. Sol., 8, 499, 1965.
- [67] W. FRANK
Phys. Stat. Sol., 26, 197, 1968.
- [68] A.H. COTTRELL et B.A. BILBY
Proc. Phys. Soc., London, A 62, 49, 1949.
- [69] R.L. FLEISCHER
Acta Met., 10, 835, 1962.
- [70] R.L. FLEISCHER
J. Appl. Phys., 33, 3504, 1962.
- [71] A.H. COTTRELL
J. Mech. Phys. Solids, 1, 53, 1952.
- [72] A. SEEGER
Phil. Mag., 46, 1194, 1954.
- [73] A. SEEGER
"Proceedings of the 2nd International conference of PUAE", United Nations, N.Y.,
6, 250, 1958.
- [74] KANJI ONO
J. Appl. Phys., 39, 1803, 1968.
- [75] A. KELLY et R.B. NICHOLSON
"Precipitation Hardening", Progress in Materials Science, Pergamon Press, 10, 3,
1963.

- [76] J.B. MITCHELL et J.E. DORN
University of California, Berkeley, U.S.A., U.C.R.L. 11.417, 1963.
- [77] C.R. BARETT et W.D. NIX
Acta Met., 12, 1247, 1965.
- [78] P. HAASEN
Z. Metallkunde, 55, 55, 1964.
- [79] B.W. CHRIST et G.V. SMITH
Mem. Sc. Rev. Met., 65, 207, 1968.
- [80] E. OROWAN
"A Symposium on Internal Stresses", Inst. Metals, London, 451, 1948.
- [81] J.W. CHRISTIAN
Scripta Metallurgica, 2, 569, 1968.
- [82] R.I. FLEISCHER
Scripta Metallurgica, 2, 573, 1968.
- [83] G. SAADA
Acta Met., 8, 841, 1960.
- [84] J.G. BYRNE, M.E. FINE et A. KELLY
Phil. Mag., 6, 1119, 1961.
- [85] S.M. OHR
J. Appl. Phys., 39, 5335, 1968.
- [86]
J. Inst. Metals, 89, 395 et 400, 1960-1961.
- [87] J.B. CLARK
Acta Met., 16, 141, 1968.
- [88] K.H. ECKELMEYER et R.W. HERTZGERG
Journal of Metals, Mars 1969, Résumé du "T.M.S. Spring Meeting 1969".
- [89] S. SEITZ
Phys. Review, 88, 722, 1952.
- [90] J. SIMON, J. CAISSO, J. GUILLOT et P. VIOLAN
Mem. Sc. Rev. Met., 51, 841, 1964.
- [91] S.L. COULING
Acta Met., 7, 133, 1959.

- [92] WANG QI-MING et HE GUANG-XING
Chin. J. Phys., 21 (3), 1691, 1965.
- [93] M.A. ADAMS, A.C. ROBERTS et R.E. SMALLMAN
Acta Met., 8, 328, 1960.
- [94] A.R.C. WESTWOOD et T. BROOM
Acta Met., 5, 249, 1957.
- [95] P. HAASEN et A. KELLY
Acta Met., 5, 192, 1957.
- [96] G. THOMAS
Phil. Mag., 5, 947, 1960.
- [97] H.W. PAXTOM
J. Appl. Phys., 33, 271, 1962.
- [98] G.F. BOLLING
Phil. Mag., 4, 537, 1959.
- [99] H.K. BIRNBAUM
Acta Met., 9, 320, 1961.
- [100] B. RUSSEL et P. VELA
Phil. Mag., 8, 677, 1963.
- [101] M.J. MAKIN
Phil. Mag., 3, 287, 1958.
- [102] Z.C. SZKOPIAK
Acta Met., 16, 381, 1968.
- [103] T. BONISZEWSKI et G.C. SMITH
Acta Met., 11, 165, 1963.
- [104] D.W. WILSON
Acta Met., 16, 748, 1968.
- [105] W.G. JOHNSTON
J. Appl. Phys., 33, 271, 1962.
- [106] G.T. HAHN
Acta Met., 10, 727, 1962.
- [107] A.H. COTTRELL
"The Relation between the Structure and Mechanical Properties of Metals",
H.M.S. Stationnery Office, London, 1963.

- [108] C.J. BEEVERS
Acta Met., 11, 1029, 1963.
- [109] A.H. COTTRELL
"Prog. Met. Phys.", 1, 77, 1949.
- [110] A.H. COTTRELL et M.A. JASWON
Proc. Roy. Soc., London, A 199, 104, 1949.
- [111] J.W. WEERTMAN
J. Appl. Phys., 28, 1185, 1957.
- [112] P.B. HIRSCH, R.W. HORN et M.J. WHELAN
Phil. Mag., 1-8, 677, 1956.
- [113] D.M. SCHWARTZ, J.B. MITCHELL et J.E. DORN
Acta Met., 15, 485, 1967.
- [114] N.R. BORCH, L. SHEPARD et J.E. DORN
Trans. A.S.M., 52, 494, 1960.
- [115] D. WALTON, L. SHEPARD et J.E. DORN
Trans. A.I.M.E., 221, 458, 1961.
- [116] S.L. COULING et C.S. ROBERTS
J. Metals, Trans. Sec., 10, 1252, 1957.

Manuscrit reçu le 27 Août 1969

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

VU

LE PRESIDENT DU JURY

J. BENARD

VU ET APPROUVE

PARIS, LE 26 JUIN 1969

LE DOYEN DE LA FACULTE DES SCIENCES

DE PARIS

Marc ZAMANSKY

VU

ET PERMIS D'IMPRIMER

LE RECTEUR DE L'ACADEMIE

DE PARIS

Jean ROCHE

